

Metode uji standar untuk bilangan asam dari produk petroleum menggunakan titrasi potensiometri

Standard Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric Titration

(ASTM D664-09a, IDT)



© ASTM – All rights reserved

© BSN 2016 untuk kepentingan adopsi standar © ASTM menjadi SNI – Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

*"This Standard is identical to **ASTM D664-9a, Standard Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric Titration**, Copyright ASTM International, 100 Barr Harbour Drive, West Conshohocken PA 19428 USA.
Reprinted by permission of ASTM International."*

*ASTM International has authorized the distribution of this translation of **SNI 8243:2016**, but recognizes that the translation has gone through a limited review process. ASTM neither represents nor warrants that the translation is technically or linguistically accurate. Only the English edition as published and copyrighted by ASTM shall be considered the official version. Reproduction of this translation, without ASTM's written permission is strictly forbidden under U.S. and international copyright laws.*

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata.....	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif	3
3 Istilah dan definisi	3
4 Ringkasan metode uji	4
5 Arti dan kegunaan	4
6 Peralatan.....	5
7 Pereaksi	7
8 Sistem elektroda	9
9 Standardisasi alat	11
10 Preparasi sampel minyak lumas bekas	11
Metode uji A	12
11 Pereaksi	12
12 Prosedur untuk bilangan asam dan bilangan asam kuat	13
13 Perhitungan.....	18
14 Pemeriksaan <i>quality control</i>	20
15 Pelaporan.....	21
16 Ketelitian dan bias.....	22
Metode uji B	23
17 Pereaksi	23
18 Prosedur	24
19 Perhitungan dan interpretasi hasil	26
20 Pemeriksaan <i>quality control</i>	27
21 Pelaporan.....	28
22 Presisi	28
23 Kata kunci	29
Lampiran (normatif) X1. Pemeriksaan unjuk kerja elektroda	30
Ringkasan perubahan.....	31

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8243:2016, *Metode uji standar untuk bilangan asam dari produk petroleum menggunakan titrasi potensiometri* merupakan SNI baru. SNI ini merupakan adopsi identik dari ASTM D664-09a, *Standard Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric Titration*, dengan metode terjemahan.

Tujuan penyusunan SNI metode uji ini adalah untuk memudahkan pengguna dalam memahami metode uji ini sehingga dapat menerapkannya dengan baik dan benar.

Untuk tujuan ini telah dilakukan perubahan editorial yaitu tanda titik telah diganti dengan tanda koma dan sebaliknya untuk penulisan bilangan.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD*),
- b) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 08:2007, Penulisan SNI,
- c) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 10:2012, Adopsi Standar American Society for Testing and Material menjadi Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 75-02 Produk Minyak Bumi, Gas Bumi dan Pelumas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Komite Teknis di Jakarta pada tanggal 22-23 November 2012 yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, tenaga ahli, asosiasi dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya.



Metode uji standar untuk bilangan asam dari produk petroleum menggunakan titrasi potensiometri¹

Standard test method for acid number of petroleum products by potentiometric titration¹

1 Ruang lingkup*

1.1 Metode uji ini mencakup prosedur untuk menetapkan kandungan asam di dalam produk petroleum, pelumas, biodiesel dan campuran biodiesel.

1.1.1 Metode uji A — Untuk produk petroleum dan pelumas yang larut atau sedikit larut di dalam campuran toluena dan 2-propanol. Metode uji ini juga dapat digunakan untuk menetapkan asam yang memiliki konstanta disosiasi di dalam air lebih besar dari 10^{-9} ; dan tidak termasuk untuk asam yang sangat lemah memiliki konstanta disosiasi lebih kecil dari 10^{-9} . Reaksi pembentukan garam akan terjadi jika konstanta hidrolisisnya lebih besar dari 10^{-9} . Kisaran bilangan asam yang termasuk dalam pernyataan di atas adalah 0,1 mg/g KOH hingga 150 mg/g KOH.

1.1.2 Metode uji B — Dikembangkan khusus untuk biodiesel dan campuran biodiesel dengan tingkat keasaman yang rendah dan kelarutan yang sedikit berbeda. Metode uji ini membutuhkan titrator otomatis dengan kemampuan mencari titik akhir otomatis.

¹ Metode uji ini di bawah wewenang komite ASTM D02 pada Produk-Produk Petroleum dan Pelumas dan merupakan tanggung jawab langsung dari Subkomite D02.06 pada Analisis Pelumas.

Edisi terbaru disetujui 15 Desember 2009, diterbitkan Februari 2010. Pertama kali disetujui pada 1942. Edisi sebelumnya disetujui pada tahun 2009 sebagai D664-09.

Metode uji ini diadopsi sebagai kerjasama ASTM-IP *standard* pada tahun 1964. Metode Uji ASTM D4739 telah dikembangkan sebagai alternatif terhadap bagian angka dasar D664. DOI: 10.1520/D0664-09a.

* Ringkasan Perubahan diberikan pada akhir standar ini.

1 Scope*

1.1 This test method covers procedures for the determination of acidic constituents in petroleum products, lubricants, biodiesel and blends of biodiesel.

1.1.1 *Test Method A*—For petroleum products and lubricants soluble or nearly soluble in mixtures of toluene and propan-2-ol. It is applicable for the determination of acids whose dissociation constants in water are larger than 10^{-9} ; extremely weak acids whose dissociation constants are smaller than 10^{-9} do not interfere. Salts react if their hydrolysis constants are larger than 10^{-9} . The range of acid numbers included in the recision statement is 0,1 mg/g KOH to 150 mg/g KOH.

1.1.2 *Test Method B*—Developed specifically for biodiesel and biodiesel blends with low acidity and slightly different solubility. This test method requires the use of an automatic titrator with automatic endpoint seeking capability.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on of base as milligrams of potassium hydroxide per gram of Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.06 on Analysis of Lubricants.

Current edition approved Dec. 15, 2009. Published February 2010. Originally approved in 1942. Last previous edition approved in 2009 as D664-09.

This test method was adopted as a joint ASTM-IP standard in 1964. ASTM Test Method D4739 has been developed as an alternative to the base number portion of D664. DOI: 10.1520/D0664-09a.

* A Summary of Changes section appears at the end of this standard.



CATATAN 1 Dalam minyak baru dan bekas, senyawa-senyawa yang memiliki karaktersistik bersifat asam meliputi asam organik dan anorganik, ester, senyawa phenol, laktone, resin, garam dari logam berat, garam dari ammonia dan basa lemah lainnya, garam asam dari asam polibasa dan bahan tambahan seperti inhibitor dan deterjen.

1.2 Metode uji ini dapat digunakan untuk menunjukkan perubahan relatif yang terjadi di dalam minyak selama digunakan di dalam kondisi yang memungkinkan terjadinya oksidasi, tanpa memperhatikan warna atau sifat-sifat lain dari minyak yang teroksidasi. Walaupun titrasi dilaksanakan pada kondisi kesetimbangan tertentu, metode uji ini tidak digunakan untuk mengukur sifat keasaman absolut yang dapat dipakai untuk memprediksi unjuk kerja minyak pada kondisi operasi. Secara umum tidak diketahui hubungan antara korosi bantalan dengan bilangan asam.

CATATAN 2 Bilangan asam yang diperoleh dengan standar uji ini secara numerik dapat sama atau berbeda dengan bilangan asam yang didapat jika menggunakan metode uji D974 dan D3339. Belum ada usaha apapun untuk menghubungkan metode ini dengan metode non titrasi lain.

CATATAN 3 Beberapa laboratorium telah melakukan observasi bahwa ada perbedaan dalam hasil metode uji D664 ketika larutan penyangga aqueous versus non-aqueous digunakan.

1.3 Nilai yang dinyatakan dalam satuan SI dijadikan sebagai standar. Tidak ada satuan pengukuran lain yang termasuk dalam standar ini.

1.4 *Standar ini tidak mencakup semua hal mengenai keselamatan, jika ada, hanya yang berhubungan dengan penggunaannya. pengguna standar ini bertanggung jawab untuk mengadakan latihan keselamatan dan kesehatan kerja yang tepat dan menentukan penerapan batas-batas peraturan sebelum menggunakan standar ini.*

NOTE 1 In new and used oils, the constituents that may be considered to have acidic characteristics include organic and inorganic acids, esters, phenolic compounds, lactones, resins, salts of heavy metals, salts of ammonia and other weak bases, acid salts of polybasic acids, and addition agents such as inhibitors and detergents.

1.2 The test method may be used to indicate relative changes that occur in oil during use under oxidizing conditions regardless of the color or other properties of the resulting oil. Although the titration is made under definite equilibrium conditions, the test method is not intended to measure an absolute acidic property that can be used to predict performance of oil under service conditions. No general relationship between bearing corrosion and acid number is known.

NOTE 2 The acid number obtained by this standard may or may not be numerically the same as that obtained in accordance with Test Methods D974 and D3339. There has not been any attempt to correlate this method with other non-titration methods.

NOTE 3 A few laboratories have made the observation that there is a difference in Test Method D664 results when aqueous versus nonaqueous buffers are used.

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2 Acuan normatif

2.1 Standar-standar ASTM:²

D974, *Test Method for Acid and Base Number by Color-Indicator Titration*

D1193, *Specification for Reagent Water*

D3339, *Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Semi-Micro Color Indicator Titration*

D4057, *Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products*

D4177, *Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products*

3 Istilah dan definisi

3.1 Definisi

3.1.1

bilangan asam

jumlah basa yang dinyatakan dalam milligram KOH per gram sampel, yang diperlukan untuk mentitrasi sebuah sampel dalam pelarut tertentu hingga mencapai titik akhir.

3.1.1.1 Diskusi—Metode uji ini menyatakan jumlah basa sebagai milligram KOH per gram sampel, yang diperlukan untuk mentitrasi sampel di dalam campuran toluena dan 2-propanol yang telah ditambah sedikit air, pada saat pembacaan milivolt awal hingga pembacaan milivolt yang setara dengan larutan penyangga yang bersifat basa atau hingga titik infleksi/titik belok yang terdefinisi dengan jelas (*well-defined inflection curve*) dalam metode uji ini.

3.1.1.2 Diskusi—Metode uji ini menyediakan informasi tambahan. Jumlah basa, dinyatakan dalam milligram KOH per gram sampel yang diperlukan untuk mentitrasi sampel di dalam pelarut mulai dari pembacaan milivolt awal hingga pembacaan milivolt yang setara dengan larutan penyangga baru yang bersifat asam atau hingga titik belok yang terdefinisi dengan jelas (*well-defined inflection point*) dalam metode uji ini harus dilaporkan sebagai bilangan asam kuat.

² Untuk referensi standar ASTM, kunjungi website ASTM, www.astm.org, atau hubungi Layanan Pelanggan ASTM di service@astm.org. Untuk informasi Buku Tahunan Standar ASTM, lihat halaman Ringkasan Dokumen pada website ASTM.

2 Referenced documents

2.1 ASTM Standards:²

D974, *Test Method for Acid and Base Number by Color-Indicator Titration*

D1193 *Specification for Reagent Water*

D3339, *Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Semi-Micro Color Indicator Titration*

D4057, *Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products*

D4177, *Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products*

3 Terminology

3.1 Definitions:

3.1.1

acid number

the quantity of a specified base, expressed in milligrams of potassium hydroxide per gram of sample, required to titrate a sample in a specified solvent to a specified endpoint.

3.1.1.1 Discussion—This test method expresses the quantity of base as milligrams of potassium hydroxide per gram of sample, that is required to titrate a sample in a mixture of toluene and propan-2-ol to which a small amount of water has been added from its initial meter reading in millivolts to a meter reading in millivolts corresponding to an aqueous basic buffer solution or a well-defined inflection point as specified in the test method.

3.1.1.2 Discussion—This test method provides additional information. The quantity of base, expressed as milligrams of potassium hydroxide per gram of sample, required to titrate a sample in the solvent from its initial meter reading in millivolts to a meter reading in millivolts corresponding to a freshly prepared aqueous acidic buffer solution or a well-defined inflection point as specified in the test method shall be reported as the *strong acid number*.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

3.1.1.3 Diskusi—Pengaruh dari asam kuat dan asam lainnya berbeda secara jelas. Karena itu, pengguna metode uji ini sebaiknya membedakan dan melaporkan keduanya, ketika ditemukan.

3.1.1.3 Discussion—The causes and effects of the so-called strong acids and the causes and effects of the other acids can be very significantly different. Therefore, the user of this test method shall differentiate and report the two, when they are found.

4 Ringkasan metode uji

4.1 Sampel dilarutkan dalam pelarut titrasi dan dititrasi secara potensiometri dengan KOH alkohol menggunakan indikator elektroda gelas dan elektroda acuan atau elektroda kombinasi. Grafik dibuat secara manual atau otomatis dari pembacaan meter terhadap volume respektif dari larutan yang dititrasi dan titik akhir diambil hanya pada infleksi yang terdefinisi dengan jelas (well-defined inflections) pada kurva yang dihasilkan. Ketika tidak diperoleh infleksi yang terdefinisi dengan jelas dan untuk minyak bekas, titik akhir diambil pada pembacaan meter yang setara dengan pembacaan meter untuk larutan penyangga asam dan basa.

4 Summary of test method

4.1 The sample is dissolved in a titration solvent and titrated potentiometrically with alcoholic potassium hydroxide using a glass indicating electrode and a reference electrode or a combination electrode. The meter readings are plotted manually or automatically against the respective volumes of titrating solution and the end points are taken only at well-defined inflections in the resulting curve. When no definite inflections are obtained and for used oils, end points are taken at meter readings corresponding to those found for aqueous acidic and basic buffer solutions.

5 Arti dan kegunaan

5.1 Produk petroleum baru maupun bekas, biodiesel dan campuran biodiesel dapat mengandung senyawa asam dari aditif atau produk yang terdegradasi selama pemakaian, seperti produk oksidasi. Jumlah relatif senyawa asam ini dapat ditentukan dengan titrasi menggunakan basa. Bilangan asam adalah sebuah ukuran dari jumlah senyawa asam di dalam minyak, selalu di bawah kondisi uji. Bilangan asam digunakan sebagai petunjuk dalam mengontrol kualitas formulasi minyak pelumas. Terkadang juga digunakan sebagai ukuran degradasi pelumas di dalam pemakaian. Nilai ambang batas bilangan asam harus dibuat secara empirik.

5 Significance and use

5.1 New and used petroleum products, biodiesel and blends of biodiesel may contain acidic constituents that are present as additives or as degradation products formed during service, such as oxidation products. The relative amount of these materials can be determined by titrating with bases. The acid number is a measure of this amount of acidic substance in the oil, always under the conditions of the test. The acid number is used as a guide in the quality control of lubricating oil formulations. It is also sometimes used as a measure of lubricant degradation in service. Any condemning limits must be empirically established.

5.2 Karena banyak produk-produk oksidasi dapat berpengaruh terhadap bilangan asam dan karena sifat korosi dari asam-asam organik sangat bervariasi, metode uji ini tidak dapat digunakan untuk memprediksi sifat korosif dari minyak di bawah kondisi pemakaian. Secara umum tidak diketahui hubungan antara bilangan asam dengan

5.2 Since a variety of oxidation products contribute to the acid number and the organic acids vary widely in corrosion properties, the test method cannot be used to predict corrosiveness of oil or biodiesel and blends under service conditions. No general correlation is known between acid number and the corrosive tendency of

kecenderungan korosi minyak terhadap logam.

biodiesel and blends or oils toward metals.

6 Peralatan

6 Apparatus

6.1 Alat titrasi manual :

6.1 Manual titration apparatus:

6.1.1 Meter, sebuah voltmeter atau potensiometer yang akan digunakan memiliki akurasi $\pm 0,005$ V dan sensitivitas $\pm 0,002$ V, pada kisaran minimal $\pm 0,5$ V ketika menggunakan meter dengan elektroda seperti yang dijelaskan pada 6.1.2 dan 6.1.3 dan ketika tahanan antara elektroda turun pada kisaran 0,2-20 M Ω . Meter tersebut sebaiknya dilindungi dari medan elektrostatis sehingga tidak ada perubahan permanen dalam pembacaan meter sepanjang kisaran operasi dengan menempelkan kabel ground ke permukaan elektroda gelas yang terbuka, kabel elektroda gelas, penyangga titrasi atau meter tersebut.

6.1.1 Meter, a voltmeter or a potentiometer that will operate with an accuracy of $\pm 0,005$ V and a sensitivity of $\pm 0,002$ V over a range of at least $\pm 0,5$ V when the meter is used with the electrodes specified in 6.1.2 and 6.1.3 and when the resistance between the electrodes falls within the range from 0,2 to 20 M Ω . The meter shall be protected from stray electrostatic fields so that no permanent change in the meter readings over the entire operating range is produced by touching, with a grounded lead, any part of the exposed surface of the glass electrode, the glass electrode lead, the titration stand, or the meter.

CATATAN 4 Alat yang sesuai untuk metode uji ini terdiri dari voltmeter elektronik continuous-reading, yang didisain untuk beroperasi dengan input kurang dari 5×10^{-12} A, ketika sistem elektroda yang memiliki tahanan 1 000-M Ω yang mempunyai pelindung metal yang terhubung ke ground disambungkan ke terminal meter, demikian juga dengan terminal yang digunakan untuk menghubungkan kabel elektrode gelas yg terlindung ke meter untuk menghindari gangguan medan listrik statis dari luar.

NOTE 4 A suitable apparatus could consist of a continuous-reading electronic voltmeter designed to operate on an input of less than 5×10^{-12} A, when an electrode system having 1 000-M Ω resistance is connected across the meter terminals and provided with a metal shield connected to the ground, as well as a satisfactory terminal to connect the shielded connection wire from the glass electrode to the meter without interference from any external electrostatic field.

6.1.2 Sensing electrode, pH standar, sesuai untuk titrasi non-aqueous.

6.1.2 Sensing electrode, Standard pH, suitable for nonaqueous titrations.

6.1.3 Elektroda acuan, Perak/Perak klorida (Ag/AgCl), diisi dengan 1M–3M LiCl dalam ethanol.

6.1.3 Reference electrode, Silver/Silver Chloride (Ag/AgCl) Reference Electrode, filled with 1M–3M LiCl in ethanol.

6.1.3.1 Elektroda kombinasi—Sensing electrode dapat memiliki elektroda acuan Ag/AgCl yang sudah terpasang di dalam elektrodanya, sehingga membuat pekerjaan jadi lebih mudah dengan satu elektroda. Elektroda kombinasi mempunyai sleeve junction pada kompartemen referensi dan harus menggunakan elektrolit ethanol inert, misalnya larutan LiCl 1M–3M dalam ethanol. Elektroda kombinasi ini harus memiliki respon yang sama atau lebih baik daripada sistem elektroda ganda. Elektroda

6.1.3.1 Combination electrodes—Sensing electrodes may have the Ag/AgCl reference electrode built into the same electrode body, which offers the convenience of working with and maintaining only one electrode. The combination electrode shall have a sleeve junction on the reference compartment and shall use an inert ethanol electrolyte, for example, 1M–3M LiCl in ethanol. These combination electrodes shall have the same response or better response than a dual electrode system. They shall



kombinasi ini memiliki removable sleeves sehingga memudahkan dalam pencucian dan penambahan elektrolit.

CATATAN 5 Elektroda ketiga, seperti elektroda platina dapat digunakan untuk meningkatkan stabilitas elektroda pada sistem tertentu.

6.1.4 Variable-speed mechanical stirrer, tipe stirrer yang sesuai dilengkapi dengan propeller-type stirring paddle. Laju pengadukan sebaiknya cukup untuk menghasilkan agitasi kuat tanpa menimbulkan percikan dan udara tidak masuk ke dalam larutan. Propeller ber-sudu 6 mm dipasang dengan sudut kemiringan berkisar 30–45° yang paling baik. Penggunaan magnetic stirrer juga memuaskan.

6.1.4.1 Jika menggunakan pengaduk listrik, kelistrikannya harus baik dan dibumikan (*grounded*) sehingga saat motor dihidupkan dan dimatikan tidak menghasilkan perubahan pada pembacaan meter selama tahap titrasi berlangsung.

6.1.5 Buret, kapasitas 10 mL berskala 0,05 mL dan dikalibrasi dengan akurasi $\pm 0,02$ mL. Ujung buret sebaiknya berada 100–130 mm di bawah keran penyetop (stopcock) dan harus dapat meneteskan titran secara langsung ke dalam labu titrasi tanpa bersentuhan dengan udara atau uap. Buret untuk KOH harus memiliki tabung pelindung berisi kapur soda atau bahan penyerap CO₂ yang lain.

6.1.6 Piala titrasi, kapasitas 250 mL, terbuat dari kaca borosilikat atau bahan lain yang sesuai.

6.1.7 Penyangga titrasi, untuk menahan elektroda, stirrer dan buret.

CATATAN 6 Penyusunan alat paling baik adalah bila pada saat pengambilan piala tidak mengganggu elektroda.

6.2 Alat titrasi otomatis:

have removable sleeves for easy rinsing and addition of electrolyte.

NOTE 5 A third electrode, such as a platinum electrode, may be used to increase the electrode stability in certain systems.

6.1.4 Variable-speed mechanical stirrer, a suitable type, equipped with a propeller-type stirring paddle. The rate of stirring shall be sufficient to produce vigorous agitation without spattering and without stirring air into the solution. A propeller with blades 6 mm in radius and set at a pitch of 30 to 45° is satisfactory. A magnetic stirrer is also satisfactory.

6.1.4.1 If an electrical stirring apparatus is used, it shall be electrically correct and grounded so that connecting or disconnecting the power to the motor will not produce a permanent change in the meter reading during the course of the titration.

6.1.5 Burette, 10-mL capacity, graduated in 0,05-mL divisions and calibrated with an accuracy of $\pm 0,02$ mL. The burette shall have a tip that extends 100 to 130 mm beyond the stopcock and shall be able to deliver titrant directly into the titration vessel without exposure to the surrounding air or vapors. The burette for KOH shall have a guard tube containing soda lime or other CO₂-absorbing substance.

6.1.6 Titration beaker, 250 mL capacity, made of borosilicate glass or other suitable material.

6.1.7 Titration stand, suitable for supporting the electrodes, stirrer, and burette.

NOTE 6 An arrangement that allows the removal of the beaker without disturbing the electrodes and stirrer is desirable.

6.2 Automatic titration apparatus:

6.2.1 Sistem titrasi otomatis harus mampu melakukan analisis yang dibutuhkan seperti dijelaskan dalam metode ini. Sistem titrasi otomatis minimal memenuhi unjuk kerja dan persyaratan spesifikasi seperti tertera dalam daftar Subpasal 6.1.

6.2.2 Model dinamik dari penambahan titran harus digunakan. Selama proses titrasi, kecepatan dan volume penambahan titran harus bervariasi tergantung pada laju perubahan sistem. Kenaikan volume maksimal yang dianjurkan adalah 0,5 mL dan kenaikan volume minimal adalah 0,05 mL.

6.2.3 Graduated cylinder—50 mL, atau alat dispensing dengan kapasitas (50 ± 0,5) mL.

6.2.4 Pipet—2,0 mL, Kelas A.

6.2.5 Piala titrasi—250 mL, 125 mL, atau kapasitas yang sesuai, terbuat dari kaca borosilikat atau bahan lain yang sesuai.

7 Pereaksi

7.1 Kemurnian pereaksi—Bahan kimia pro analisis harus digunakan untuk semua uji. Jika tidak ditentukan, semua pereaksi harus memenuhi spesifikasi dari Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, dimana spesifikasi tersebut tersedia.³ Kelas lain dapat digunakan asal dapat dipastikan bahwa pereaksi tersebut mempunyai kemurnian yang cukup tinggi untuk dapat digunakan tanpa mengurangi akurasi dari penetapan.

7.1.1 Larutan yang terdapat di pasaran dapat digunakan sebagai pengganti larutan untuk laboratorium, dengan syarat larutan tersebut telah disertifikasi sebagai larutan yang sama.

³ *Reagent Chemicals American Chemical Society Specification*, "American Chemical Society, Washington DC. Untuk pereaksi pengujian yang tidak terdaftar pada *the American Chemical Society*, lihat *Annual Standards for Laboratory Chemicals*, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., dan *the United States Pharmacopeia and National Formulary*, U.S. Pharmaceutical Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

6.2.1 Automatic titration systems shall be able to carry out the necessary analyses as prescribed in the method. As a performance and specification requirements listed in 6.1 as warranted.

6.2.2 A dynamic mode of titrant addition shall be used. During the titration, the speed and volume of the addition shall vary depending on the rate of change of the system. The recommended maximum volume increment is 0,5 mL and the recommended minimum volume increment is 0,05 mL.

6.2.3 Graduated cylinder—50 mL, or dispensing device capable of delivering (50 ± 0,5) mL.

6.2.4 Pipette—2,0 mL, Class A.

6.2.5 Titration beaker—250 mL, 125 mL, or suitable capacity, made of borosilicate glass or other suitable material.

7 Reagents

7.1 Purity of reagents—Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, where such specifications are available.³ Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

7.1.1 Commercially available solutions may be used in place of laboratory preparations provided the solutions have been certified as being equivalent.

³ *Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications*, American Chemical Society, Washington, DC. For Suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see *Annual Standards for Laboratory Chemicals*, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopeia and National Formulary*, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

7.1.2 Sejumlah volume larutan alternatif dapat dibuat, dengan syarat konsentrasi larutan akhir ekuivalen.

7.1.2 Alternate volumes of the solutions may be prepared, provided the final solution concentration is equivalent.

7.2 Kemurnian air — Jika tidak ditentukan, acuan kemurnian untuk air pereaksi harus disesuaikan seperti ditentukan pada spesifikasi D1193 baik untuk Tipe I, Tipe II atau Tipe III.

7.2 Purity of water—Unless otherwise indicated, reference to water shall be understood to mean reagent water that meets the requirements of either Type I, II, or III of Specification D1193.

7.3 Standar primer — Dimana ditentukan, sampel-sampel ini atau sampel standar primer komersial yang ada, digunakan dalam standardisasi larutan volumetrik.

7.3 Primary standard—Where specified, these samples, or samples of commercially available primary standards, are to be used in standardizing the volumetric solutions.

7.4 Ethanol, (**Peringatan**—mudah terbakar dan beracun, khususnya ketika telah terdenaturasi).

7.4 Ethanol, (**Warning**—Flammable and toxic, especially when denatured.)

7.5 Lithium chlorida, LiCl.

7.5 Lithium chloride, LiCl.

7.6 Elektrolit lithium chlorida, siapkan larutan 1M–3M Lithium Klorida (LiCl) dalam ethanol.

7.6 Lithium chloride electrolyte, Prepare a 1M–3M solution of lithium chloride (LiCl) in ethanol.

7.7 Potasium hidroksida (**Peringatan**—dapat menyebabkan luka bakar)

7.7 Potassium hydroxide, (**Warning**—Causes severe burns.)

7.8 2-propanol, anhidrat, (kurang dari 0.1% H₂O). (**Peringatan**—mudah menyala). Apabila bahan pereaksi tidak kering sempurna, dapat dikeringkan dengan cara distilasi menggunakan kolom bertingkat, dengan membuang 5% volume distilat pertama dan gunakan 95% sisanya. Pengeringan juga bisa dilakukan dengan menggunakan molecular sieves Tipe Lynde 4A, dengan mengalirkan pelarut melalui kolom berisi molecular sieves dengan perbandingan 1 bagian molecular sieve per 10 bagian pelarut.

7.8 Propan-2-ol, anhydrous, (less than 0.1% H₂O). (**Warning**—Flammable.) If adequately dry reagent cannot be procured, it can be dried by distillation through a multiple plate column, discarding the first 5% of material distilling overhead and using the 95% remaining. Drying can also be accomplished using molecular sieves such as Linde Type 4A, by passing the solvent upward through a molecular sieve column using one part of molecular sieve per ten parts of solvent.

CATATAN 7 Telah dilaporkan bahwa, bila dari awal tidak ditambahkan inhibitor, 2-propanol dapat mengandung peroksida. Ketika hal ini terjadi, sebuah ledakan dapat terjadi jika bejana tempat penyimpanan atau alat lain seperti dispensing bottle hampir kosong dan mendekati kekeringan.

NOTE 7 It has been reported that, if not originally inhibited against it, propan-2-ol can contain peroxides. When this occurs, an explosion is possible when the storage of the vessel or other equipment such as a dispensing bottle, is near empty and approaching dryness.

7.9 Larutan penyangga pH 4, pH 7 dan pH 11— Larutan ini harus diganti pada jangka waktu tertentu secara teratur untuk menjaga kestabilannya atau untuk menghindari

7.9 Commercial aqueous pH 4, pH 7 and pH 11 buffer solutions—These solutions shall be replaced at regular intervals consistent with their stability or when

kontaminasi. Informasi kestabilan penyangga tersebut dapat diperoleh dari pabrik pembuatnya.

contamination is suspected. Information relating to their stability should be obtained from the manufacturer.

8 Sistem elektroda

8 Electrode system

8.1 Persiapan elektroda—Bila elektroda acuan Ag/AgCl berisi larutan elektrolit yang bukan 1M–3M LiCl dalam etanol digunakan untuk titrasi, ganti elektrolit tersebut. Kosongkan elektroda dari elektrolit tersebut, cuci bersih semua garam (jika ada) dengan air kemudian bilas dengan etanol. Bilas beberapa kali dengan larutan elektrolit LiCl. Terakhir, lepaskan sleeve dan isi elektroda dengan elektrolit melalui lubang pengisian. Ketika memasang sleeve kembali, pastikan tidak ada elektrolit yang mengalir ke dalam sistem elektroda. Elektroda kombinasi harus disiapkan dengan cara yang sama. Larutan Elektrolit dalam Elektroda kombinasi dapat dikosongkan dengan bantuan pengisap vakum (vacuum suction).

8.1 Preparation of electrodes—When a Ag/AgCl reference electrode is used for the titration and it contains an electrolyte which is not 1M–3M LiCl in ethanol, replace the electrolyte. Drain the electrolyte from the electrode, wash away all the salt (if present) with water and then rinse with ethanol. Rinse several times with the LiCl electrolyte solution. Finally, replace the sleeve and fill the electrode with the LiCl electrolyte to the filling hole. When refitting the sleeve ensure that there will be a free flow of electrolyte into the system. A combination electrode shall be prepared in the same manner. The electrolyte in a combination electrode can be removed with the aid of a vacuum suction.

8.2 Pengujian elektroda—Uji meter dari elektroda kombinasi ketika pertama kali digunakan, atau ketika elektroda baru dipasang, dan uji kembali pada interval waktu selanjutnya. Bilas elektroda dengan pelarut kemudian dengan air. Celup elektroda kedalam larutan penyangga pH 4. Baca nilai mV setelah diaduk 1 menit. Angkat elektroda dan bilas dengan air. Celup elektroda ke dalam larutan penyangga pH 7. Baca nilai mV setelah pengadukan 1 menit. Hitung selisih mV. Elektroda yang baik akan memiliki selisih mV paling tidak 162 mV (20–25°C). Jika selisihnya kurang dari 162 mV, angkat sleeve dan yakinkan larutan elektrolit mengalir. Ulangi pengukuran. Jika selisihnya masih kurang dari 162 mV, bersihkan dan ganti elektroda tersebut.

8.2 Testing of electrodes—Test the meter-electrode combination when first put into use, or when new electrodes are installed, and retest at intervals thereafter. Rinse the electrodes with solvent then with water, and dip them into a pH 4 aqueous buffer solution. Read the mV value after stirring one minute. Remove the electrodes and rinse with water. Dip the electrodes into a pH 7 aqueous buffer. Read the mV value after stirring one minute. Calculate the mV difference. A good electrode system will have a difference of at least 162 mV (20 to 25°C). If the difference is less than 162 mV, lift the sleeve of the electrode and insure electrolyte flow. Repeat the measurements. If the difference is still less than 162 mV, clean or replace the electrode(s).

8.2.1 Jika sensing electrode dan elektroda acuan terpisah, sepasang elektroda harus dianggap sebagai satu unit. Jika salah satu diganti, unit tersebut dianggap sebagai pasangan baru yang berbeda, maka harus diuji kembali.

8.2.1 When the sensing electrode and the reference electrode are separate, one pair of electrodes shall be considered as one unit. If one or the other is changed, it shall be considered as different pair and shall be re-tested.

8.3 Pemeliharaan dan penyimpanan elektroda—Bersihkan elektroda secara merata, jaga kebersihan bagian ground-

8.3 Maintenance and storage of electrodes—Cleaning the electrodes thoroughly, keeping the ground-glass joint

glass joint dari benda asing, dan uji elektroda secara teratur sangat penting untuk mendapatkan nilai potensial yang sama jika diulang, karena kontaminasi dengan cairan yang tidak diketahui dapat menimbulkan fluktuasi potensial. Hal penting lainnya adalah pada saat penentuan titik akhir dari titik infleksi, karena akan menjadi cukup serius jika titik akhir dipilih secara bebas pada potensial sel.

CATATAN 8 Lihat Lampiran X1 tentang prosedur yang dapat digunakan untuk memeriksa unjuk kerja elektroda.

8.3.1 Bersihkan elektroda gelas dalam interval waktu yang pendek, sesuai penggunaan dan tipe sampel yang dianalisis (minimal 1 kali dalam seminggu untuk terus menerus) dengan mencelupkan ke dalam larutan pembersih non-kromium. Elektroda acuan harus dibersihkan secara periodik ketika digunakan atau ketika sebuah elektroda baru dipasang. Kosongkan elektroda acuan minimal 1 kali seminggu dan isi kembali dengan elektrolit LiCl baru melalui lubang pengisian. Pastikan tidak ada gelembung udara dalam cairan elektroda. Jika terdapat gelembung udara, tahan elektroda dalam posisi vertikal dan secara perlahan keluarkan gelembungnya. Jaga agar tinggi larutan elektrolit dalam elektroda acuan selalu di atas cairan dalam piala atau bejana titrasi sepanjang waktu.

8.3.2 Setiap akan melakukan titrasi, rendam elektroda yang telah disiapkan di dalam air (pH 4,5–5,5) selama paling sedikit 5 menit. Bilas elektroda dengan 2-propanol dengan segera sebelum digunakan, dan kemudian bilas dengan pelarut titrasi.

8.3.3 Jika tidak digunakan, celupkan setengah dari bagian bawah elektroda acuan ke dalam larutan elektrolit LiCl. Untuk glass electrode, celupkan di dalam air dengan pH 4,5 atau 5,5 yang telah diasamkan oleh HCl. Jangan biarkan elektroda tetap tercelup di dalam pelarut titrasi sebelum melakukan titrasi berikutnya. Hati-hati dalam menangani elektroda walaupun tidak mudah pecah.

8.3.3.1 Umur elektroda—Umumnya batas waktu penggunaan elektroda 3–6 bulan,

free of foreign materials, and regular testing of the electrodes are very important in obtaining repeatable potentials, since contamination may introduce uncertain erratic and unnoticeable liquid contact potentials. While this is of secondary importance when end points are chosen from inflection points in the titration curve, it may be quite serious when end points are chosen at arbitrarily fixed cell potentials.

NOTE 8 See Appendix X1 for a possible procedure to check the electrode performance.

8.3.1 Clean the glass electrode at frequent intervals based on use and type of samples being analyzed (not less than once every week during continual use) by immersing in nonchromium containing, strongly oxidizing cleaning solution. The reference electrode shall be cleaned periodically when in use or when a new electrode is installed. Drain the reference electrode at least once each week and refill with the fresh LiCl electrolyte as far as the filling hole. Ensure that there are no air bubbles in the electrode liquid. If air bubbles are observed, hold the electrode in a vertical position and gently tap it to release the bubbles. Maintain the electrolyte level in the reference electrode above that of the liquid in the titration beaker or vessel at all times.

8.3.2 Prior to each titration soak the prepared electrodes in water (pH 4,5 to 5,5) for at least 5 min. Rinse the electrodes with propan-2-ol immediately before use, and then with the titration solvent.

8.3.3 When not in use, immerse the lower half of the reference electrode in LiCl electrolyte. When the glass electrode is used, store it in water that has been acidified with HCl to a pH of 4,5 to 5,5. Do not allow electrodes to remain immersed in titration solvent for any appreciable period of time between titrations. While the electrodes are not extremely fragile, handle them carefully at all times.

8.3.3.1 Electrode life—Typically, electrode usage is limited to 3 to 6 months depending,

tergantung pada penggunaannya. Elektroda memiliki batasan umur tersendiri dan harus diuji sebelum digunakan (lihat Subpasal 8.2).

upon usage. Electrodes have a limited shelf life and shall be tested before use (see 8.2).

9 Standardisasi alat

9 Standardization of apparatus

9.1 Penetapan pembacaan meter untuk larutan penyangga aqueous —Untuk memastikan pemilihan titik akhir yang dapat dibandingkan pada saat titik infleksi tidak terdefinisi dengan jelas dalam kurva titrasi, tentukan setiap hari untuk masing-masing pasangan elektroda, pembacaan meter yang didapat dengan menggunakan larutan penyangga yang bersifat asam dan bersifat basa.

9.1 Determination of meter readings for the aqueous buffer solutions—To ensure comparable selection of end points when definite inflection points are not obtained in the titration curve, determine daily, for each electrode pair, the meter readings obtained with aqueous acidic and basic buffer solutions.

CATATAN 9 Respon dari elektroda gelas yang berbeda terhadap aktivitas ion hidrogen tidak sama. Oleh karena itu, untuk setiap sistem elektroda perlu dibuat secara teratur hubungan antara pembacaan meter dengan larutan penyangga yang dipilih sesuai keinginan untuk menyatakan titik akhir keasaman dan kebasaaan.

NOTE 9 The response of different glass electrodes to hydrogen ion activity is not the same. Therefore, it is necessary to establish regularly for each electrode system the meter readings corresponding to the buffer solutions arbitrarily selected to represent acidic or basic end points.

9.2 Celupkan elektroda tersebut ke dalam larutan penyangga pH 4 dan pH 11, aduk masing-masing selama kurang lebih 5 menit, jaga temperatur larutan penyangga dalam kisaran 2 °C dari temperatur titrasi yang akan dilakukan. Baca tegangan sel (cell voltage) masing-masing elektroda. Pembacaan diambil dari titik akhir dalam kurva titrasi tanpa titik infleksi.

9.2 Immerse the electrodes in the pH 4 and the pH 11 aqueous buffers and stir each of them for approximately 5 min, maintaining the temperature of the buffer solution at a temperature within 2 °C of that at which the titrations are to be made. Read the cell voltage for each of them. The readings so obtained are taken as the end points in titration curves having no inflection points.

10 Preparasi sampel minyak lumas bekas

10 Preparation of sample of used oil

10.1 Kepatuhan pada prosedur pengambilan sampel yang mengandung sedimen sangat diperlukan, karena sedimen itu sendiri dapat bersifat asam atau basa atau dapat juga telah menyerap material asam atau basa dari sampel. Kegagalan untuk memperoleh sampel yang representatif dapat menyebabkan hasil yang sangat menyimpang.

10.1 Strict observance of the sampling procedure is necessary since the sediment itself is acidic or basic or has absorbed acidic or basic material from the sample. Failure to obtain a representative sample causes serious errors.

10.1.1 Jika dapat diterapkan, lakukan sesuai dengan Prosedur D4057 (Pengambilan sampel manual) atau Prosedur D4177 (Pengambilan sampel

10.1.1 When applicable, refer to Practice D4057 (Manual Sampling) or Practice D4177 (Automatic Sampling) for proper

otomatis) untuk memperoleh teknis sampling techniques.
pengambilan sampel yang memadai.

10.1.2 Pada saat mengambil sampel pelumas bekas, spesimen sebaiknya cukup representatif dari sistem yang diambil sampelnya, dan sebaiknya bebas dari kontaminasi sumber luar.

CATATAN 10 Karena minyak lumas bekas dapat berubah secara signifikan dalam penyimpanan, uji sampel secepat mungkin setelah diambil dari sistem pelumasan; dan catat tanggal pengambilan sampel dan tanggal pengujian.

10.2 Panaskan sampel (lihat CATATAN 11) minyak lumas bekas sampai $(60 \pm 5) ^\circ\text{C}$ dalam wadah aslinya dan aduk hingga seluruh sedimen tersuspensi secara homogen dalam minyak lumas. Jika wadah aslinya berupa kaleng atau kaca dan terisi lebih dari $\frac{3}{4}$ bagian, pindahkan keseluruhan sampel ke dalam botol kaca bening yang memiliki kapasitas setidaknya $\frac{1}{3}$ lebih besar dari volume sampel. Pindahkan semua sisa-sisa sedimen yang terdapat di dalam wadah asli ke dalam botol dengan mengocok kuat sebagian sampel yang terdapat dalam wadah asli.

CATATAN 11 Ketika sampel terlihat jelas telah bebas dari sedimen, prosedur pemanasan di atas baru dapat dilaksanakan.

10.3 Setelah semua sedimen tersuspensi, saring sampel melalui saringan berukuran 100-mesh untuk menghilangkan partikel-partikel kontaminan yang besar.

CATATAN 12 Ketika sampel terlihat jelas telah bebas dari sedimen, prosedur penyaringan di atas baru dapat dilaksanakan.

Metode uji A

11 Pereaksi

11.1 Lihat Pasal 7.

11.2 Asam klorida (HCl)—densitas relatif 1,19. (**Peringatan**—korosif, menyebabkan luka bakar.)

11.3 Toluena, (**Peringatan**—Mudah

10.1.2 When sampling used lubricants, the specimen shall be representative of the system sampled and shall be free of contamination from external sources.

NOTE 10 As used oil can change appreciably in storage, test samples as soon as possible after removal from the lubricating system and note the dates of sampling and testing.

10.2 Heat the sample (see NOTE 11) of used oil to $(60 \pm 5) ^\circ\text{C}$ in the original container and agitate until all of the sediment is homogeneously suspended in the oil. If the original container is a can or if it is glass and more than three-fourths full, transfer the entire sample to a clear-glass bottle having a capacity at least one third greater than the volume of the sample. Transfer all traces of sediment from the original container to the bottle by vigorous agitation of portions of the sample in the original container.

NOTE 11 When samples are visibly free of sediment, the heating procedure described can be omitted.

10.3 After complete suspension of all sediment, strain the sample or a convenient aliquot through a 100-mesh screen for removal of large contaminating particles.

NOTE 12 When samples are visibly free of sediment, the straining procedure described can be omitted.

Test method A

11 Reagents

11.1 See 7.

11.2 Hydrochloric acid (HCl)—Relative density 1,19. (**Warning**—Corrosive, causes burns.)

Terbakar.)

11.4 Larutan asam klorida, Alkohol standar (0,1 mol/L). (**Peringatan**—Lihat Subpasal 11.2 and 7.8). Campurkan 9 mL asam klorida (HCl, densitas relatif 1,19) dengan 1 L 2-propanol anhidrat. Standardisasi secara berkala untuk mendeteksi perubahan konsentrasi 0,000 5 dengan titrasi potentiometrik dari sekitar 8 mL (diukur secara akurat) larutan 0,1-mol/L larutan KOH alkohol yang diencerkan dengan 125 mL air bebas CO₂.

11.5 Larutan potasium hidroksida, Standar alkohol, (0,1 mol/L). (**Peringatan**—Lihat Subpasal 7.7 and 7.8.). Tambahkan 6 g potasium hidroksida (KOH) ke dalam 1 L 2-propanol. Didihkan secara perlahan selama 10 menit untuk membentuk larutan. Diamkan larutan selama dua hari dan kemudian saring cairan supernatan dengan menggunakan *sintered-glass funnel* yang halus. Simpan larutan dalam botol yang tahan terhadap bahan kimia. Agar larutan terlindungi dari karbon dioksida atmosfer (CO₂), pemindahan harus menggunakan tabung yang dilengkapi *soda lime* atau absorben silikat *soda non-fibrous* sedemikian rupa sehingga tidak kontak dengan gabus, karet, atau *saponifiable grease* pada *stopcock*. Standardisasi secara berkala untuk mendeteksi perubahan konsentrasi 0,000 5 dengan titrasi potentiometrik dari sejumlah tertentu kalium hydrogen ptalat yang dilarutkan dalam air bebas CO₂.

11.6 Pelarut titrasi—Tambahkan (5 ± 0,2) mL air ke dalam (495 ± 5) mL 2-propanol anhidrat dan aduk hingga homogen. Tambahkan (500 ± 5) mL toluena (**Peringatan**—Mudah terbakar). Pelarut titrasi harus dibuat dalam jumlah banyak, dan nilai blanko ini diuji setiap hari dengan titrasi sebelum digunakan.

11.7 Kloroform, (**Peringatan**—Bahan mudah terbakar dan berbahaya).

12 Prosedur untuk bilangan asam dan bilangan asam kuat

12.1 Timbang sampel dengan berat seperti

11.3 *Toluene*, (**Warning**—Flammable.)

11.4 Hydrochloric acid solution, Standard alcoholic, (0,1 mol/L). (**Warning**—See 11.2 and 7.8.) Mix 9 mL of hydrochloric (HCl, relative density 1,19) acid with 1 L of anhydrous propan-2-ol. Standardize frequently enough to detect concentration changes of 0,000 5 by potentiometric titration of approximately 8 mL (accurately measured) of the 0,1-mol/L alcoholic KOH solution diluted with 125 mL of CO₂-free water.

11.5 Potassium hydroxide solution, standard alcoholic, (0,1 mol/L). (**Warning**—See 7.7 and 7.8.) Add 6 g of potassium hydroxide (KOH) to approximately 1 L of propan-2-ol. Boil gently for 10 min to effect solution. Allow the solution to stand for two days and then filter the supernatant liquid through a fine sintered-glass funnel. Store the solution in a chemically resistant bottle. Dispense in a manner such that the solution is protected from atmospheric carbon dioxide (CO₂) by means of a guard tube containing soda lime or soda non-fibrous silicate absorbents and such that it does not come into contact with cork, rubber, or saponifiable stopcock grease. Standardize frequently enough to detect concentration changes of 0,000 5 by potentiometric titration of weighed quantities of potassium acid phthalate dissolved in CO₂-free water.

11.6 Titration solvent—Add (5 ± 0,2) mL of water to (495 ± 5) mL of anhydrous propan-2-ol and mix well. Add (500 ± 5) mL of toluene. (**Warning**—Flammable.) The titration solvent should be made up in large quantities, and its blank value determined daily by titration prior to use.

11.7 *Chloroform*, (**Warning**—Flammable. Hazardous material.)

12 Procedure for Acid Number and Strong Acid Number

12.1 Into a 250-mL beaker or a suitable

yang disarankan dalam Tabel 1 (lihat CATATAN 12) di dalam piala 250 mL atau bejana titrasi yang sesuai dan tambahkan 125 mL pelarut titrasi (lihat CATATAN 13). Siapkan elektroda seperti yang dijelaskan pada Subpasal 8.2. Tempatkan piala atau bejana titrasi pada penyangga titrasi dan atur posisinya sehingga elektroda terendam setengahnya. Nyalakan stirer dan aduk selama proses penentuan pada laju yang cukup untuk menghasilkan agitasi kuat tanpa menimbulkan percikan dan udara tidak masuk ke dalam larutan.

Tabel 1 – Rekomendasi ukuran untuk tes portion

Acid Number	Mass of Test Portion, g	Accuracy of Weighing, g
0,05–<1,0	20,0±2,0	0,10
1,0–<5,0	5,0±0,5	0,02
5–<20	1,0±0,1	0,005
20–<100	0,25±0,02	0,001
100–<260	0,1±0,01	0,0005

CATATAN 13 Jika jumlah sampel yang direkomendasikan diduga akan mengganggu elektroda, gunakan jumlah sampel yang lebih kecil. Hasil yang didapat dengan menggunakan jumlah sampel yang lebih kecil tidak akan ekuivalen dengan hasil yang diperoleh dengan jumlah sampel yang disarankan. Pernyataan ketelitian tidak termasuk ketika menggunakan sampel yang lebih kecil.

CATATAN 14 Pelarut titrasi yang mengandung kloroform (**Peringatan**—kemungkinan fatal jika tertelan. Berbahaya jika terhirup dan dapat menghasilkan uap beracun jika terbakar) dapat digunakan sebagai pengganti toluena untuk melarutkan dengan sempurna residu dari bahan asphaltic. Hasil yang didapat dengan menggunakan kloroform belum tentu ekuivalen dengan hasil yang didapat menggunakan toluena. Pernyataan ketelitian tidak termasuk jika menggunakan kloroform.

12.2 Pilihlah buret yang tepat, isi dengan larutan KOH alkohol 0,1 mol/L, dan tempatkan buret pada posisi di atas alat titrasi, pastikan ujung buret tercelup sekitar 25 mm ke dalam cairan pada bejana titrasi. Catat pembacaan meter (potensial sel) dan pembacaan awal buret.

12.3 Metode titrasi manual :

12.3.1 Tambahkan secukupnya larutan KOH alkohol 0,1 mol/L dan tunggu hingga

titration vessel, introduce a weighed quantity of sample as recommended in Table 1 (see NOTE 13) and add 125 mL of titration solvent (see NOTE 14). Prepare the electrodes as directed in 8.2. Place the beaker or titration vessel on the titration stand and adjust its position so that the electrodes are about half immersed. Start the stirrer, and stir throughout the determination at a ratesufficient to produce vigorous agitation without spattering and without stirring air into the solution.

Table 1 - Recommended size of test portion

Acid Number	Mass of Test Portion, g	Accuracy of Weighing, g
0,05–<1,0	20,0±2,0	0,10
1,0–<5,0	5,0±0,5	0,02
5–<20	1,0±0,1	0,005
20–<100	0,25±0,02	0,001
100–<260	0,1±0,01	0,0005

NOTE 13 If it suspected that the recommended sample size will foul the electrodes, a smaller sample size can be taken. Results using smaller sample size may not be equivalent to results obtained with the recommended sample size. The precision statement does not include results when using a smaller sample size.

NOTE 14 A titration solvent that contains chloroform (**Warning**—May be fatal if swallowed. Harmful if inhaled. May produce toxic vapors if burned) can be used in place of toluene to completely dissolve certain heavy residues of asphaltic materials. Results using chloroform may not be equivalent to results obtained using toluene. The precision statement does not include results when using chloroform.

12.2 Select the right burette, fill with the 0,1-mol/L alcoholic KOH solution, and place the burette in position on the titration assembly, ensuring that the tip is immersed about 25 mm in titration vessel liquid. Record the initial burette and meter (cell potential) readings.

12.3 Manual titration method:

12.3.1 Add suitable small portions of 0.1-mol/L alcoholic KOH solution and wait until

potensial stabil diperoleh, catat pembacaan meter dan buret.

a constant potential has been established, record the burette and meter readings.

12.3.2 Pada awal titrasi atau pada saat mencapai daerah infleksi dimana 0,1 mL dari larutan KOH 0,1 mol/L secara konsisten menghasilkan perubahan total lebih dari 30 mV dalam potensial sel, tambahkan larutan sebanyak 0,05 mL.

12.3.2 At the start of the titration and in any subsequent regions (inflections) where 0.1 mL of the 0,1-mol/L KOH solution consistently produces a total change of more than 30 mV in the cell potential, add 0,05-mL portions.

12.3.3 Pada daerah intermediet (plateau) yaitu 0,1 mL dari KOH alkohol 0,1 mol/L merubah potensial sel kurang dari 30 mV, tambahkan larutan dengan porsi yang lebih besar untuk menghasilkan perubahan potensial total mendekati sama, tetapi tidak lebih besar dari 30 mV.

12.3.3 In the intermediate regions (plateau) where 0,1 mL of 0,1-mol/L alcoholic KOH changes the cell potential less than 30 mV, add larger portions sufficient to produce a total potential change approximately equal to, but not greater than 30 mV.

12.3.4 Titrasi dengan cara ini, hingga perubahan potensial kurang dari 5 mV/0,1 mL KOH dan potensial sel mengindikasikan bahwa larutan lebih bersifat basa daripada larutan penyangga bersifat basa.

12.3.4 Titrate in this manner until the potential changes less than 5 mV/0,1 mL of KOH and the cell potential indicates that the solution is more basic than the aqueous basic buffer.

12.3.5 Buang larutan titrasi, bilas elektroda dan ujung buret dengan pelarut titrasi, kemudian bilas dengan 2-propanol dan terakhir dengan air grade pereaksi. Celupkan elektroda ke dalam air minimal 5 menit sebelum memulai titrasi lain untuk menjaga lapisan gel dari glass electrode. Setelah 5 menit di dalam air, bilas elektroda dengan 2-propanol kemudian dengan pelarut titrasi sebelum melakukan titrasi selanjutnya. Jika elektroda tersebut ternyata kotor dan terkontaminasi, lakukan prosedur dalam Subpasal 8.1. Simpan elektroda seperti dalam 8.3.3.

12.3.5 Remove the titration solution, rinse the electrodes and burette tip with the titration solvent, then with propan-2-ol and finally with reagent grade water. Immerse the electrodes in water for at least 5 min before starting another titration to restore the aqueous gel layer of the glass electrode. After 5 min in the water, rinse the electrodes with propan-2-ol then the titration solvent before proceeding to the next titration. If the electrodes are found to be dirty and contaminated, proceed as in 8.1. Store electrodes according to 8.3.3.

12.4 Metode titrasi otomatis :

12.4 Automatic titration method:

12.4.1 Atur alat sesuai dengan manual book untuk mendapatkan mode dinamik penambahan titran.

12.4.1 Adjust the apparatus in accordance with the manufacturer's instructions to provide a dynamic mode of titrant addition.

12.4.2 Pastikan bahwa instrumen akan menentukan jumlah asam kuat ketika mV awal dari sampel, relatif terhadap pembacaan mV dari larutan penyangga bersifat asam, menunjukkan adanya asam. Catat volume KOH yang ditambahkan untuk mencapai mV dari penyangga pH 4. Nilai ini digunakan untuk menghitung bilangan asam kuat. Lakukan dengan titrasi otomatis dan catat kurva potensiometri atau kurva

12.4.2 Verify that the instrument will determine the amount of strong acid when the initial mV of the test sample, relative to the mV reading of the aqueous acidic buffer, indicates the presence of such acids. Record the volume of KOH added to reach the mV of the pH 4 aqueous buffer. This value is used to calculate the strong acid number. Proceed with the automatic titration and record potentiometric curves or

derivatif, jika ada.

12.4.3 Titrasi dengan larutan KOH alkohol 0,1 mol/L. Alat sebaiknya di-set atau diprogram sedemikian rupa agar pada saat titik infleksi yang sesuai digunakan dalam perhitungan tercapai, laju penambahan titran dan volume titran yang ditambahkan didasarkan pada perubahan kemiringan kurva titrasi. Titran sebaiknya ditambahkan semakin meningkat dengan ukuran yang sesuai untuk mencapai perbedaan potensial 5-15 mV per kenaikan. Peningkatan volume seharusnya bervariasi antara 0,05 dan 0,5 mL. Peningkatan volume berikutnya seharusnya ditambahkan jika tidak terjadi perubahan potensial lebih dari 10 mV dalam 10 detik. Waktu tunggu maksimum antara peningkatan volume tidak boleh lebih dari 60 detik.

12.4.4 Titrasi dapat dihentikan pada saat potensial penyangga pH 11 melewati 200 mV. Titik ekuivalen dapat dikenali jika derivatif pertama dari kurva titrasi menghasilkan maksimum, yang jelas lebih tinggi dari suara yang dihasilkan oleh efek elektrostatis. Lihat juga 13.1.1.

12.4.5 Tujuan dari pembersihan adalah untuk membilas residu dari sampel sebelumnya dan untuk rehidrasi elektroda. Setelah selesai titrasi, bilas elektroda dan ujung buret dengan pelarut titrasi. Setelah bersih, kemudian bilas dengan 2-propanol dan terakhir dengan air. Celupkan elektroda ke dalam air pH 4,5 – 5,5 minimal 3 sampai 5 menit untuk rehidrasi lapisan *aqueous gel* dari elektroda gelas. Bilas elektroda dengan 2-propanol sebelum memulai sampel berikutnya untuk menghilangkan air. Jika residu sampel masih ada setelah dibilas dengan menggunakan pelarut titrasi, gunakan pelarut lainnya seperti toluena, xylena, heptana, atau kloroform untuk membilas. Pembilasan akan lebih efektif jika menggunakan satu gelas piala pelarut dengan pengadukan yang cepat. Pada penggunaan alat otomatis, pembersihan dilakukan dengan membilas dengan pelarut titrasi, perendaman dengan pengadukan dalam pelarut seperti toluena, xylena, heptana atau kloroform selama 45 detik, rendam sejenak dalam 2-propanol untuk

derivative curves as the case may be.

12.4.3 Titrate with the 0,1-mol/L alcoholic KOH solution. The apparatus shall be adjusted or programmed such that, when an inflection point, suitable for use in the calculation is approached, the rate of addition of titrant and volume of titrant added are based on the change in slope of the titration curve. The titrant shall be added in increments of a suitable size to achieve a potential difference of 5 to 15 mV per increment. Increment volume shall vary between 0,05 and 0,5 mL. The next increment shall be added if the signal does not change more than 10 mV in 10 s. The maximum waiting time in between increments shall not exceed 60 s.

12.4.4 The titration can be terminated when the signal reaches the pH 11 buffer potential past 200 mV. An equivalence point is recognizable if the first derivative of the titration curve produces a maximum, which is significantly higher than the noise produced by electrostatic effects. See also 13.1.1.

12.4.5 The goal of cleaning is to rinse the residue from the previous sample and to rehydrate the electrode. On completion of the titration, rinse the electrodes and burette tip with titration solvent. If clean, then rinse with 2-propanol and then with water. Immerse the electrodes in pH 4,5–5,5 water for at least 3 to 5 min to rehydrate the aqueous gel layer of the glass electrode. Rinse with 2-propanol prior to beginning the next sample to remove the water. If sample residue remains after the rinse with titration solvent, another solvent such as toluene, xylene, heptane, or chloroform may be used for rinse. The rinse may be more effective if a beaker of solvent is used with strong stirring. Using automated equipment, cleaning may be done by rinsing with titration solvent, soaking with stirring in a solvent such as toluene, xylene, heptane, or chloroform for 45 s, soaking briefly in 2-propanol to removed the solvent, then soaking in pH 4,5–5,5 water 3 to 5 min to rehydrate. Dip in 2-propanol briefly to remove water before beginning the next

menghilangkan pelarut, lalu rendam dalam air pH 4,5–5,5 selama 3 sampai 5 menit untuk rehidrasi. Celupkan sejenak dalam 2-propanol untuk menghilangkan air sebelum memulai sampel selanjutnya. Gelas piala pelarut, gelas piala 2-propanol, dan gelas piala air yang sama dapat digunakan untuk beberapa sampel yang berturut-turut. Cairan – cairan tersebut harus diganti sebelum terjadi kontaminasi yang berlebihan. Pengguna harus memastikan elektroda cukup bersih dan terhidrasi. Jika elektroda tersebut ternyata kotor dan terkontaminasi, lakukan prosedur sesuai Subpasal 8.1. Simpan elektroda sesuai 8.3.3.

CATATAN 15 Jika bilangan asam yang diharapkan sekitar atau di bawah 0,1, ketelitian yang lebih baik akan didapat dengan memodifikasi metode tersebut dengan satu atau beragam cara, diantaranya dengan mengganti larutan KOH alkohol 0,01 atau 0,05 M; meningkatkan jumlah sampel di atas 20 g; menukar buret manual (yang memiliki skala 0,05 mL) menjadi buret otomatis yang dapat menyalurkan kenaikan larutan KOH dengan lebih kecil, jika sampelnya dianalisis dengan titrasi manual.

12.5 Blanko

12.5.1 Untuk masing-masing set sampel dan untuk setiap batch baru dari pelarut titrasi, lakukan titrasi blanko dari 125 mL pelarut. Untuk titrasi manual, tambahkan larutan KOH alkohol 0,1 mol/L dengan kenaikan 0,01–0,05 mL, tunggu diantara setiap penambahan sampai potensial sel konstan dicapai. Catat meter dan pembacaan, pada saat meter menjadi stabil setelah masing-masing penambahan. Untuk titrasi otomatis, gunakan model titrasi yang sama seperti model penetapan keasaman sampel, tetapi gunakan kenaikan yang lebih kecil pada penambahan titran, 0,01–0,05 mL. Periksa kembali blanko secara periodik berdasarkan pada banyaknya sampel.

12.5.2 Jika terdapat asam kuat, dan bilangan asam kuat akan ditetapkan, lakukan titrasi blanko dari 125 mL pelarut titrasi, dengan menambahkan larutan HCl alkohol 0,1 mol/L dengan kenaikan 0,01–0,05 mL seperti yang dijelaskan dalam 12.5.1.

sample. The same solvent cleaning beaker, 2-propanol beaker and water beaker may be used for a short series of samples. They should be changed at reasonable intervals, before contamination builds up. The user shall ensure that the electrode is adequately cleaned and hydrated. If electrodes are found dirty and contaminated, proceed as in 8.1. Store electrodes according to 8.3.3.

NOTE 15 When acid numbers about or below 0,1 are expected, better precision can be obtained by modifying the method in one or more ways, such as by substituting a 0,01 or 0,05 M alcoholic KOH solution; increasing the sample size above 20 g; or switching from a manual operated burette (that is, graduated in 0,05 mL divisions) to an automated burette that can dispense smaller increments of the KOH solution, if samples are being analyzed by manual titration.

12.5 Blanks:

12.5.1 For each set of samples and for every new batch of titration solvent, perform a blank titration of 125 mL of the solvent. For manual titration, add 0,1-mol/L alcoholic KOH solution in 0,01 to 0,05-mL increments, waiting between each addition until a constant cell potential is reached. Record the meter and readings when the former becomes constant after each increment. For automatic titration, use the same mode of titration as for the determination of the acidic property of the sample but use smaller increments of titrant addition, 0,01 to 0,05-mL. Recheck the blank periodically based on the sample load.

12.5.2 When strong acids are present and a strong acid number is to be determined, perform a blank titration of 125 mL of the titration solvent, adding 0,1 mol/L alcoholic HCl solution in 0,01 to 0,05-mL increments in a manner comparable to that specified in 12.5.1.

13 Perhitungan

13.1 Titrasi Manual—plot volume larutan KOH alkohol 0,1 mol/L dengan pembacaan meter yang ekuivalen (lihat Gambar 1). Tandai sebagai titik akhir hanya pada titik infleksi yang terdefinisi dengan jelas, (lihat CATATAN 16) yang mendekati tegangan sel yang ekuivalen dengan apa yang diperoleh penyangga asam atau penyangga basa. Jika infleksi tidak jelas terdefinisi atau tidak tampak infleksi (lihat Gambar 1 Kurva B), tandai titik akhir pembacaan meter yang ekuivalen dengan apa yang diperoleh penyangga yang tepat.

CATATAN 16 Satu titik infleksi secara umum dikenali dengan memperhatikan kapan kenaikan 0,05 mL yang berurutan, yang masing-masing menghasilkan perubahan potensial sel yang lebih besar dari 15 mV paling tidak 30% lebih besar dari yang dihasilkan oleh kenaikan sebelumnya atau kenaikan berikutnya untuk ukuran yang sama. Secara umum, titik infleksi yang samar hanya terjadi pada daerah dimana kenaikan volume berukuran sama digunakan.

13.1.1 Beberapa aditif kimia dapat menghasilkan titik infleksi melampaui titik akhir penyangga. Untuk aditif, ambil titik infleksi terakhir untuk perhitungan. *Jika menggunakan titrator otomatis, perubahan setting pada parameter alat mungkin diperlukan untuk mendeteksi tipe titik akhir.*

13.1.2 Untuk semua titrasi asam pada minyak lumas bekas, titik pada kurva yang ekuivalen dengan pembacaan meter untuk penyangga basa (pH 11) dan penyangga asam (pH 4), pada saat asam kuat terindikasi ditandai sebagai titik akhir.

CATATAN 17 Pengamatan tiga kurva hasil penetapan bilangan asam terhadap minyak lumas baru, aditif konsentrat dan minyak lumas bekas secara bersama-sama akan menunjukkan titik infleksi yang jelas untuk minyak lumas baru dan aditif konsentrat, dan pada umumnya untuk minyak lumas bekas titik infleksi tidak terlihat jelas atau tidak tampak sama sekali.

13 Calculation

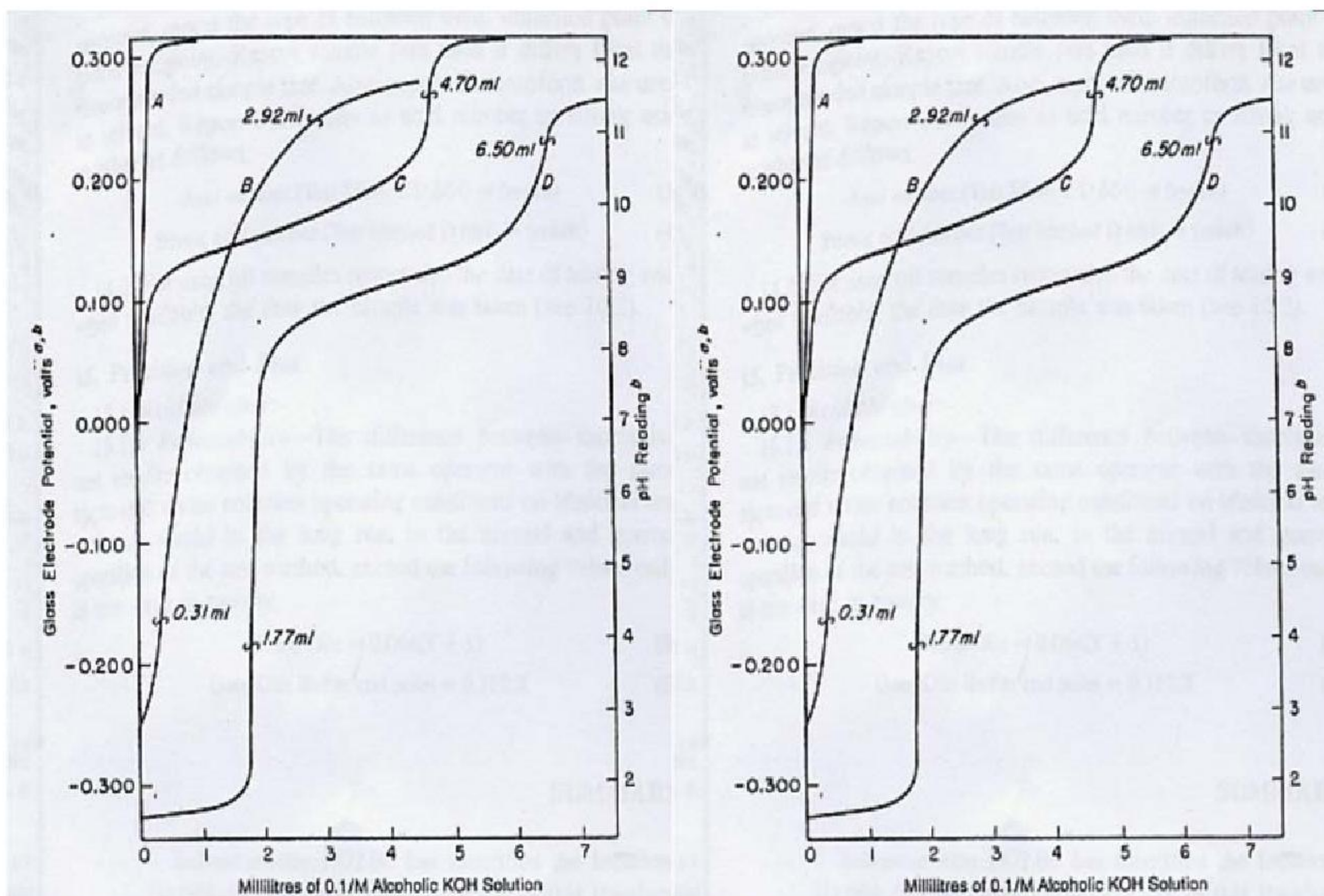
13.1 *Manual Titration*—Plot the volumes of the 0,1-mol/L alcoholic KOH solution added against the corresponding meter readings (see Fig. 1). Mark as an end point only a well-defined inflection point (see NOTE 16) that is closest to the cell voltage corresponding to that obtained with the aqueous acidic or basic buffer. If inflections are ill defined or no inflection appears (see Fig. 1, Curve B), mark the end point at the meter reading corresponding to that obtained with the appropriate aqueous buffer.

NOTE 16 One inflection point is generally recognizable by inspection whenever several successive 0,05-mL increments each produce a cell potential change greater than 15 mV at least 30% greater than those produced by previous or subsequent increments of the same size. Generally, definite inflection points may be discerned only in regions where increments of the same size are used.

13.1.1 Some additive chemistry may produce an inflection point beyond the buffer endpoint. For additives, take the last inflection point for calculation. *If using an automatic titrator, a change in the instrument parameters may be required to detect this type of endpoint.*

13.1.2 For all acid titrations on used oils, mark as an end point, the point on the curve that corresponds to the meter reading for an aqueous basic buffer (pH 11) and the meter reading for the aqueous acid buffer (pH 4) when strong acids are indicated.

NOTE 17 The cooperative work done on acid number determinations on fresh oils, additive concentrates, and used oils indicated well-defined inflection points for fresh oils and additive concentrates, and generally ill-defined inflections, or no inflection points at all, for used oils.



Keterangan:

kurva A—Blanko pada 125 mL pelarut titrasi.
kurva B—10,00 g minyak lumas-mesin bekas (crankcase oil) ditambah 125 mL pelarut titrasi. Jika tidak tampak infleksi yang tajam, titik akhir dipilih pada pembacaan yang diperoleh dengan dua larutan penyangga.
kurva C—10,00 g minyak lumas yang mengandung asam lemah ditambah 125 mL pelarut titrasi. Titik akhir dipilih sebagai titik dimana kurva yang paling mendekati vertikal.
kurva D—10,00 g minyak lumas yang mengandung asam lemah dan kuat ditambah 125 mL pelarut titrasi. Titik akhir dipilih dimana kurva yang paling mendekati vertikal.

Gambar 1 - Ilustrasi kurva titrasi

Key:

Curve A—Blank on 125 mL of titration solvent.
Curve B—10,00 g of used crankcase oil plus 125 mL of titration solvent. Since no sharp inflections are apparent, the end points are chosen at the meter readings obtained with the two aqueous buffer solutions.
Curve C—10,00 g of oil containing a weak acid plus 125 mL of titration solvent. The end point is chosen as the point at which the curve is most nearly vertical.
Curve D—10,00 g of oil containing weak and strong acids plus 125 mL of titration solvent. The end points are chosen as the points at which the curve is most nearly vertical.

FIG. 1 - Illustrative titration curves

13.2 Metode titrasi otomatis—Beri tanda pada titik akhir dalam kurva yang diperoleh dari Subpasal 12.4, dengan cara yang sama seperti metode titrasi manual.

13.3 Metode perhitungan—Metode perhitungan dalam 13.3.1 dapat digunakan untuk metode manual maupun otomatis.

13.2 Automatic titration method—Mark the end points on the curves obtained in 12.4, in the same way as for the manual titration method.

13.3 Method of calculation—The method of calculation in 13.3.1 is applicable to both manual and automatic methods.

13.3.1 Hitung bilangan asam dan bilangan asam kuat dengan cara sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \text{Bilangan asam, mg KOH/g} &= (A-B) \times M \times 56.1/W & (1) \\ \text{Bilangan asam kuat, mg KOH/g} &= (CM+Dm) \times 56.1/W & (2) \end{aligned}$$

keterangan :

A = volume larutan KOH alkohol dalam mL yang digunakan untuk mentitrasi sampel hingga titik akhir, yang terjadi pada pembacaan meter dari titik infleksi terdekat terhadap pembacaan meter yang sesuai dengan penyangga pH 11, atau untuk kasus titik infleksi yang tidak terlihat dengan jelas atau tidak terdapat titik infleksi, terhadap pembacaan meter yang sama dengan penyangga pH 11. Untuk aditif, A adalah volume KOH alkohol pada titik infleksi terakhir.

B = volume yang sesuai dengan A untuk titrasi blanko, mL.

M = konsentrasi larutan KOH alkohol, mol/L,

m = konsentrasi larutan HCl alkohol, mol/L,

W = massa sampel, g,

C = larutan KOH alkohol dalam mL yang digunakan untuk mentitrasi sampel sampai titik akhir yang terjadi pada pembacaan meter yang sesuai dengan penyangga pH 4, mL, dan

D = larutan HCl alkohol dalam mL yang digunakan untuk mentitrasi blanko pelarut sampai titik akhir yang sesuai dengan C.

13.3.1 Calculate the acid number and strong acid number as follows:

$$\begin{aligned} \text{Acid number, mg KOH/g} &= (A - B) \times M \times 56.1/W & (1) \\ \text{Strong acid number, mg KOH/g} &= (CM + Dm) \times 56.1/W & (2) \end{aligned}$$

where:

A = volume of alcoholic KOH solution used to titrate sample to end point that occurs at the meter reading of the inflection point closest to the meter reading corresponding to the pH 11 aqueous buffer, or in case of ill-defined or no inflection point, to the meter reading corresponding to the pH 11 aqueous buffer, mL. For additives, A is the volume of alcoholic KOH at the last inflection point,

B = volume corresponding to A for blank titration, mL,

M = concentration of alcoholic KOH solution, mol/L,

m = concentration of alcoholic HCl solution, mol/L,

W = sample, mass, g,

C = alcoholic KOH solution used to titrate the sample to end point that occurs at a meter reading corresponding to the pH 4 aqueous buffer, mL, and

D = alcoholic HCl solution used to titrate solvent blank to end point corresponding to C, mL.

14 Pemeriksaan *quality control*

14.1 Konfirmasikan pelaksanaan prosedur uji dengan melakukan analisis sampel pengendali mutu (QC), jika memungkinkan lakukan analisis terhadap sampel yang mewakili.

CATATAN 18 Karena minyak lumas bekas, khususnya minyak lumas bekas dari mesin, diketahui berubah selama penyimpanan, sampel seperti itu tidak sesuai untuk analisis ini.

14.2 Sebelum memonitor pelaksanaan proses pengukuran, pengguna metode perlu menentukan nilai rata-rata dan batas kontrol dari QC sampel.⁴

14 Quality control checks

14.1 Confirm the performance of the test procedure by analyzing a quality control (QC) sample that is, if possible, representative of the samples typically analyzed.

NOTE 18 Because used oils, particularly used engine oils, are known to change during storage, such samples may not be suitable for this purpose.

14.2 Prior to monitoring the measurement process, the user of the method needs to determine the average value and control limits of the QC sample.⁴

⁴ ASTM MNL 7, *Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis, Section 3: Control Charts for Individuals*, 6th ed, ASTM International, W. Conshohocken, PA.

⁴ ASTM MNL 7, *Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis*, 6th edition, ASTM International, W. Conshohocken, PA.

14.3 Catat hasil QC dan analisis dengan tabel kontrol atau teknik yang ekuivalen secara statistik untuk menemukan status kontrol statistik dari proses pengujian total.⁴ Semua data di luar kontrol harus menjadi pemicu untuk menelusuri akar permasalahannya. Hasil penelusuran ini, bisa (tetapi tidak terlalu penting) terjadi dalam kalibrasi ulang instrumen.

14.4 Frekuensi pelaksanaan QC tergantung pada kekritisan kualitas yang diukur, kestabilan proses pengujian, dan persyaratan pelanggan. Secara umum, sampel QC sebaiknya dianalisis setiap hari pengujian. Frekuensi QC sebaiknya ditingkatkan jika menganalisis sampel dalam jumlah banyak secara rutin. Bagaimanapun juga, jika hasil uji masih dalam kontrol statistik, frekuensi pelaksanaan QC dapat dikurangi. Sebaiknya periksa ketelitian QC secara periodik terhadap nilai yang tertulis pada bagian Ketelitian dan Bias dalam metode ini untuk menjamin kualitas data.

14.5 Disarankan, jika mungkin, tipe sampel QC yang secara teratur diuji, dapat mewakili sampel yang dianalisis secara rutin. Persediaan sampel QC sebaiknya dapat mencukupi selama periode penggunaan yang direncanakan, harus homogen dan stabil untuk mengantisipasi kondisi penyimpanan yang tidak diinginkan. Karena bilangan basa sampel QC dapat berubah selama penyimpanan dan ketika situasi di luar kontrol terjadi maka kestabilan sampel QC dapat menjadi sumber kesalahan.

15 Pelaporan

15.1. Karena terdapat dua cara berbeda untuk menentukan titik akhir, laporkan jenis titik akhir yang digunakan: titik infleksi atau titik akhir penyangga. Laporkan jumlah sampel yang digunakan jika berbeda dengan jumlah sampel yang disarankan. Laporkan juga jika kloroform digunakan sebagai pelarut. Laporkan hasil tersebut sebagai bilangan asam atau bilangan asam kuat sbb:

14.3 Record the QC results and analyze by control charts or other statistically equivalent technique to ascertain the statistical control status of the total testing process.⁴ Any out-of-control data should trigger investigation for root cause(s). The results of this investigation may, but not necessarily, result in instrument recalibration.

14.4 The frequency of QC testing is dependent on the criticality of the quality being measured, the demonstrated stability of the testing process, and customer requirements. Generally, a QC sample should be analyzed each testing day. The QC frequency should be increased if a large number of samples are routinely analyzed. However, when it is demonstrated that the testing is under statistical control, the QC testing frequency may be reduced. The QC precision should be periodically checked against the precision listed in the Precision and Bias section of this test method to ensure data quality.

14.5 It is recommended that, if possible, the type of QC sample that is regularly tested be representative of the samples routinely analyzed. An ample supply of QC sample material should be available for the intended period of use, and must be homogeneous and stable under the anticipated storage conditions. Because the base number can vary while the QC sample is in storage, when an out-of-control situation arises, the stability of the QC sample can be a source of the error.

15 Report

15.1 Given there are two different ways to determine the endpoint, report the type of endpoint used: inflection point or buffer endpoint. Report sample size used if differs from the recommended sample size. Also, report if chloroform was used as solvent. Report the results as acid number or strong acid number as follows:



Bilangan asam (Metode uji D664, Metode uji A) = (hasil uji) (3)
 Bilangan asam kuat (Metode uji D664, Metode uji A) = (hasil uji) (4)

Acid number (Test Method D664, Test Method A) = (result) (3)
 Strong acid number (Test Method D664, Test Method A) (result) (4)

15.2 Untuk sampel minyak lumas bekas, laporkan juga tanggal pengujian dan jika ada, tanggal pengambilan sampel (lihat Subpasal 10.2).

15.2 For used oil samples report also the date of testing and, when available, the date the sample was taken (see 10.2).

16 Ketelitian dan bias⁵

16.1 Bilangan asam :

16.1.1 *Repeatability*—Perbedaan antara dua hasil uji, yang diperoleh oleh operator yang sama dengan alat yang sama dalam kondisi operasi tetap, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus.

Minyak lumas baru = $0,044(X + 1)$ (5)
 Titik akhir-penyangga minyak lumas bekas = $0,117X$ (6)

keterangan :
 X = rata-rata kedua hasil uji.

16.1.2 *Reproducibility*—Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh oleh laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus.

Minyak lumas baru = $0,141(X + 1)$ (7)
 Titik akhir penyangga minyak lumas bekas = $0,44X$ (8)

keterangan :
 X = rata-rata kedua hasil uji.

16 Precision and bias⁵

16.1 Acid number:

16.1.1 *Repeatability*—The difference between successive test results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material would in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty.

Fresh Oils = $0,044(X + 1)$ (5)
 Used Oils Buffer end point = $0,117X$ (6)

where:
 X = the average of the two test results.

16.1.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty.

Fresh Oils = $0,141(X + 1)$ (7)
 Used Oils Buffer end point = $0,44X$ (8)

where:
 X = the average of the two test results.

⁵ Data pendukung telah disimpan di Kantor Pusat ASTM International, dan bisa diperoleh dengan memesan Research Report RR:D02-1011 and RR:D02-1551.

⁵ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:D02-1551.

16.2 Bilangan asam kuat:

16.2.1 Data ketelitian belum dikembangkan untuk bilangan asam kuat karena jarang terjadi dalam analisis sampel.

16.3 Bias—Prosedur metode uji ini tidak ada bias karena nilai bilangan asam hanya didefinisikan dengan rumusan metode uji ini.

16.2 Strong acid number:

16.2.1 Precision data have not been developed for strong acid number because of its rare occurrence in sample analysis.

16.3 *Bias*—The procedures in this test method have no bias because the acid values can be defined only in terms of the test method.

Metode uji B

17 Perekasi

17.1 Lihat Pasal 7

17.2 Larutan potasium hidroksida, Standar alkohol, (0,01 mol/L). (**Peringatan**—Lihat Subpasal 7.7 and 7.8.) Tambahkan 0,56 g potasium hidroksida (KOH) ke dalam 1 L 2-propanol atau (1,122 ± 0,02) g berat dari 50% KOH ke dalam 1 L 2-propanol. Didihkan perlahan selama 10 menit untuk membentuk larutan. Diamkan larutan dengan terlindungi dari karbon dioksida (CO₂) selama dua hari dan kemudian saring cairan supernatan dengan menggunakan *sintered-glass funnel* yang halus. Simpan larutan dalam botol yang tahan terhadap bahan kimia. Agar larutan terlindungi dari karbon dioksida atmosferik (CO₂), dispensikan dengan menggunakan tabung yang dilengkapi *soda lime* atau absorben silikat *soda non-fibrous* sedemikian rupa sehingga tidak kontak dengan gabus, karet, atau *saponifiable grease* pada *stopcock*. Standardisasi secara berkala untuk mendeteksi perubahan konsentrasi 0,000 5 mol/L dengan titrasi potensiometrik sejumlah tertentu kalium hidrogen ptalat yang dilarutkan dalam air bebas CO₂.

17.3 Kalium hidrogen ptalat (KHC₈H₄O₄), standar primer, dikeringkan—Tempatkan 10 sampai 20 g standar primer kalium hidrogen ptalat (KHC₈H₄O₄) dengan ukuran 100-mesh, dalam botol timbang pada temperatur 120 °C selama 2 jam. Tutup botol timbang dan dinginkan dalam sebuah desikator.

17.4 Larutan kalium hidrogen ptalat (KHP) (0,01 mol/L)—Untuk standarisasi volume, timbang 1,0 g dengan ketelitian ±0,000 1 g standar primer kalium hidrogen ptalat kering

Test method B

17 Reagents

17.1 See Section 7.

17.2 Potassium hydroxide solution, standard alcoholic (0,01 mol/L)—(**Warning**—See 7.7 and 7.8.) Add 0,56 g of potassium hydroxide (KOH) to approximately 1 L of propan-2-ol or weigh (1,122 ± 0,02) g of 50% KOH into 1 L of propan-2-ol. Boil gently for 10 min to effect solution. Allow the solution to stand protected from carbon dioxide (CO₂) for two days and then filter the supernatant liquid through a fine sintered-glass funnel. Store the solution in a chemically resistant bottle. Dispense in a manner such that the solution is protected from atmospheric carbon dioxide (CO₂) by means of a guard tube containing soda lime or soda non-fibrous silicate absorbents and such that it does not come into contact with cork, rubber, or saponifiable stopcock grease. Standardize frequently enough to detect concentration changes of 0,000 5 mol/L by potentiometric titration of pipetted quantities of potassium acid phthalate solution dissolved in CO₂-free water.

17.3 Potassium acid phthalate (KHC₈H₄O₄), primary standard, dried—Place 10 to 20 g of primary standard potassium acid phthalate (KHC₈H₄O₄) of 100-mesh fineness, in a weighing bottle at 120 °C for 2 h. Stopper the container and cool it in a dessicator.

17.4 Potassium acid phthalate (KHP) solution (0,01 mol/L)—For a volumetric standard, weigh approximately 1,0 g and record the weight to the nearest ±0,000 1 g

($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) dan tambahkan air DI tipe II hingga tanda tera pada labu ukur 500 mL. Alternatif lain, untuk standar berdasarkan masa, timbang KHP dengan ketelitian $\pm 0,0001$ g dan catat total jumlah air dan KHP dengan ketelitian $\pm 0,01$ g dan nyatakan konsentrasi sebagai mg KHP/g larutan. Aduk hingga larut sempurna.

of dried potassium acid phthalate primary standard ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) and make up to the mark with DI Type II water in a 500 mL volumetric flask. Alternatively for a weight-based standard, weigh the KHP and record the weight to the nearest 0,0001 g and record the total amount of water and KHP to the nearest $\pm 0,01$ g and express the concentration as mg KHP/g of solution. Mix thoroughly to dissolve the solution.

18 Prosedur

18.1 Standardisasi titran 0,01 M KOH alkohol:

18.1.1 Timbang 2 g larutan KHP dengan ketelitian 0,0001 g ke dalam piala 125 mL atau ukuran yang sesuai dan catat berat jika menggunakan standar berdasarkan massa. Atau pipet 2 mL larutan KHP ke dalam sebuah bejana dan tambahkan kira-kira 50 mL air bebas CO_2 . Titrasi larutan untuk menentukan titer 0,01M KOH. Volume larutan KHP ini akan menghabiskan kira-kira 2 mL 0,01 M KOH.

18.1.2 Siapkan dua larutan KHP tambahan untuk standardisasi titran seperti pada Subpasal 18.1.

18.1.3 Gunakan tiga penetapan untuk menghitung konsentrasi rata-rata KOH (mol/L). Rata-rata penetapan mol/L titran seharusnya $\pm 0,0005$ M.

18.2 Penetapan blanko pelarut—Atur alat sesuai dengan instruksi manufaktur untuk titrasi dengan mode dinamis. Penambahan volume titran tidak boleh lebih dari 0,2 mL. Ukur dengan dengan tepat 50 mL 2-propanol dengan menggunakan gelas ukur, pipet atau perangkat dispensi otomatis dengan kapasitas $(50 \pm 0,5)$ mL ke dalam piala 125 mL atau ukuran yang memadai. Aduk larutan dan lakukan titrasi. Catat volume (mL) KOH yang digunakan untuk titrasi dengan ketelitian $\pm 0,01$ mL, sampai titik akhir titrasi tercapai.

18.3 Analisa sampel :

18.3.1 Atur alat sesuai dengan instruksi manufaktur untuk penambahan titran

18 Procedure

18.1 Standardization of the titrant 0,01 M alcoholic KOH:

18.1.1 Weigh 2 g of KHP solution into a 125 mL or suitable size beaker and record the weight to the nearest 0,0001 g if using weight-based standard or pipette 2 mL of KHP solution into a vessel and add approximately 50 mL of CO_2 free water. Titrate the solution to determine the titer of 0,01M KOH. This volume of KHP solution will use approximately 2 mL of the 0,01 M KOH.

18.1.2 Prepare two additional KHP solutions to standardize the titrant as in 18.1.

18.1.3 Use the three determinations to calculate the average concentration (mol/L) of the KOH. The average of the titrant mol/L determinations should agree $\pm 0,0005$ M.

18.2 Determination of the solvent blank—Adjust the apparatus in accordance with the manufacturer's instructions to provide a dynamic mode of titration. Addition of titrant volume increments should not be greater than 0,2 mL. Measure precisely 50 mL of propan-2-ol using a graduated cylinder, pipet or automated dispensing device capable of dispensing $(50 \pm 0,5)$ mL into a 125 mL or suitable size beaker. Stir the solution and titrate. Record the volume (mL) of KOH to $\pm 0,01$ mL used to titrate to the inflection point.

18.3 Analysis of the sample:

18.3.1 Adjust the apparatus in accordance with the manufacturer's instructions to

dengan mode dinamis.

provide a dynamic mode of titrant addition.

18.3.2 Timbang 5 g biodiesel dengan ketelitian $\pm 0,0001$ g ke dalam gelas piala ukuran 125 mL atau ukuran yang sesuai dan catat. Pipet ($50 \pm 0,50$) mL IPA atau gunakan pipet otomatis ke dalam gelas piala yang sesuai. Siapkan elektroda sesuai petunjuk pada Subpasal 8.1. Tempatkan piala atau bejana titrasi pada penyangga titrasi dan atur posisinya sehingga elektroda terendam setengahnya. Hidupkan *stirer* dan aduk selama proses penetapan pada laju yang cukup untuk menghasilkan agitasi kuat tanpa menimbulkan percikan dan udara tidak masuk ke dalam larutan.

18.3.2 Weigh 5 g of biodiesel into a 125 mL or suitable size beaker on an analytical balance and record the weight to the nearest 0,0001 g. Measure ($50 \pm 0,50$) mL of IPA using a pipet or automated dispensing device into a suitable beaker. Prepare the electrodes as directed in 8.1. Place the beaker or titration vessel on the titration stand and adjust its position so that the electrodes are about half immersed. Start the stirrer, and stir throughout the determination at a rate sufficient to produce vigorous agitation without spattering and without stirring air into the solution.

CATATAN 19 Penting untuk diketahui bahwa volume pelarut titrasi yang sama $\pm 0,5$ mL digunakan untuk blanko dan sampel atau hasil yang tidak konsisten dapat terjadi.

NOTE 19 It is important that the same volume of titration solvent $\pm 0,5$ mL is used for the blank and samples or inconsistent results can occur.

18.3.3 Pilihlah buret yang tepat, isi dengan larutan KOH alkohol 0,01 mol/L, dan tempatkan buret pada posisi di atas alat titrasi, pastikan ujung buret tercelup sekitar 25 mm ke dalam cairan pada bejana titrasi dan lakukan titrasi.

18.3.3 Select the right burette, fill with 0,01-mol/L alcoholic KOH solution, and place the burette in position on the titration assembly, ensuring that the tip is immersed about 25 mm in titration vessel liquid and titrate.

18.3.4 Setelah selesai titrasi, bilas elektroda dan ujung buret dengan 2-propanol dan kemudian dengan air. Rendam elektroda dalam air selama minimal 2 menit sebelum memulai titrasi lainnya untuk mengembalikan lapisan *aqueous gel* dari elektroda gelas. Bilas elektroda dengan 2-propanol sebelum melanjutkan dengan sampel berikutnya. Jika elektroda tersebut ternyata kotor dan terkontaminasi, lakukan seperti pada Subpasal 8.1. Simpan elektroda seperti pada 8.3.3.

18.3.4 On completion of the titration, rinse the electrodes and burette tip with propan-2-ol, followed by water. Immerse the electrodes in water for at least 2 min before starting another titration to restore the aqueous gel layer of the glass electrode. Rinse the electrodes with propan-2-ol prior to running the next sample. If electrodes are found dirty and contaminated, proceed as in 8.1. Store electrodes according to 8.3.3.

18.3.5 Beberapa titik infleksi titrasi sering didapatkan selama analisa terkait dengan asam organik yang terbentuk karena teroksidasinya biodiesel akibat penyimpanan yang terlalu lama. Volume titran untuk titik akhir yang baik/jelas, harus digunakan untuk menghitung total keasaman.

18.3.5 Multiple titration inflection points are often found during the analysis associated with organic acids which form over time due to the oxidation of biodiesel over prolonged storage periods. The volume of titrant for the last well defined endpoint should be used to calculate the total acidity.

19 Perhitungan dan interpretasi hasil

19.1 Perhitungan mol/L KOH dengan volume :

$$\text{mol/L larutan KHP} = \frac{(\text{grams KHP}) / (204,23) \times (\text{Volume total larutan KHP dalam liter})}{(9)}$$

$$\text{mol/L KOH} = (2,00) \times (\text{mol/L larutan KHP solution}) / \text{millitres KOH} \quad (10)$$

19.1.1 Perhitungan mol/L KOH dengan berat:

$$\frac{\text{Larutan KHP mg/g} = (\text{gram KHP}) \times 1000}{204,23 \times (\text{gram total larutan})} \quad (11)$$

19.1.2 Perhitungan mol/L KOH dengan volume:

$$\text{mol/L KOH} = \frac{(\text{gram larutan KHP}) \times (\text{konsentrasi KHP mg/g})}{\text{milliliter KOH}} \quad (12)$$

CATATAN 20 Rata-rata mol/L dari tiga penetapan harus digunakan untuk menetapkan nilai keasaman. Rata-rata tersebut harus dalam range $\pm 0,0005$ M.

19.2 Perhitungan nilai asam:

$$\text{Acid number, mg KOH/g} = (A-B) \times M \times 56,1/W \quad (13)$$

keterangan:

A = volume larutan KOH alkohol yang digunakan untuk mentitrasi sampel hingga titik akhir pada titrasi, mL,

B = volume yang sesuai dengan A untuk titrasi blanko, mL,

M = konsentrasi larutan KOH alkohol, mol/L,

W = masa sampel, g.

19 Calculation or interpretation of results

19.1 Calculation of the KOH mol/L by Volume:

$$\text{mol/L of KHP Solution} = \frac{(\text{grams of KHP}) / (204,23) \times (\text{total volume of KHP solution in litres})}{(9)}$$

$$\text{mol/L of KOH} = (2,00) \times (\text{mol/L KHP solution}) / \text{millitres KOH} \quad (10)$$

19.1.1 Calculation of the KOH mol/L by Weight:

$$\frac{\text{KHP Solution mg/g} = (\text{gram KHP}) \times 1000}{204,23 \times (\text{grams total solution weight})} \quad (11)$$

19.1.2 Calculation of the KOH mol/L by Volume:

$$\text{mol/L of KOH} = \frac{(\text{grams KHP solution}) \times (\text{concentration KHP mg/g})}{\text{millilitres KOH}} \quad (12)$$

NOTE 20 The average mol/L of three determinations should be used for the determination of the Acid number. The average should agree within $\pm 0,0005$ M.

19.2 Calculation of the acid number:

$$\text{Acid number, mg KOH/g} = (A-B) \times M \times 56,1/W \quad (13)$$

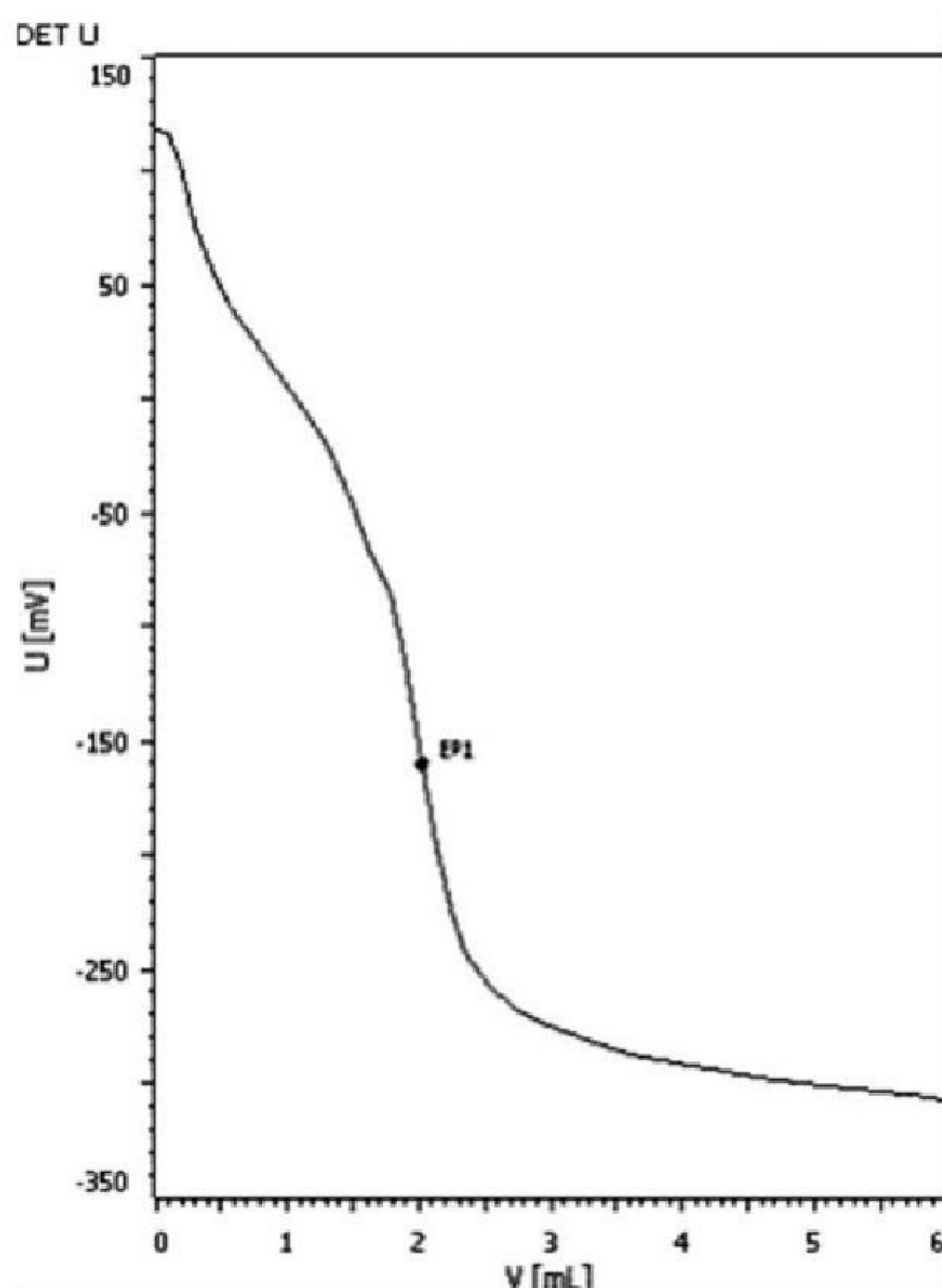
where:

A = Volume of alcoholic KOH solution used to titrate sample to last inflection end point, mL,

B = volume corresponding to A for blank titration, mL,

M = concentration of alcoholic KOH solution, mol/L, and

W = sample, mass, g.



Gambar. 2 – Ilustrasi kurva titrasi sampel biodiesel

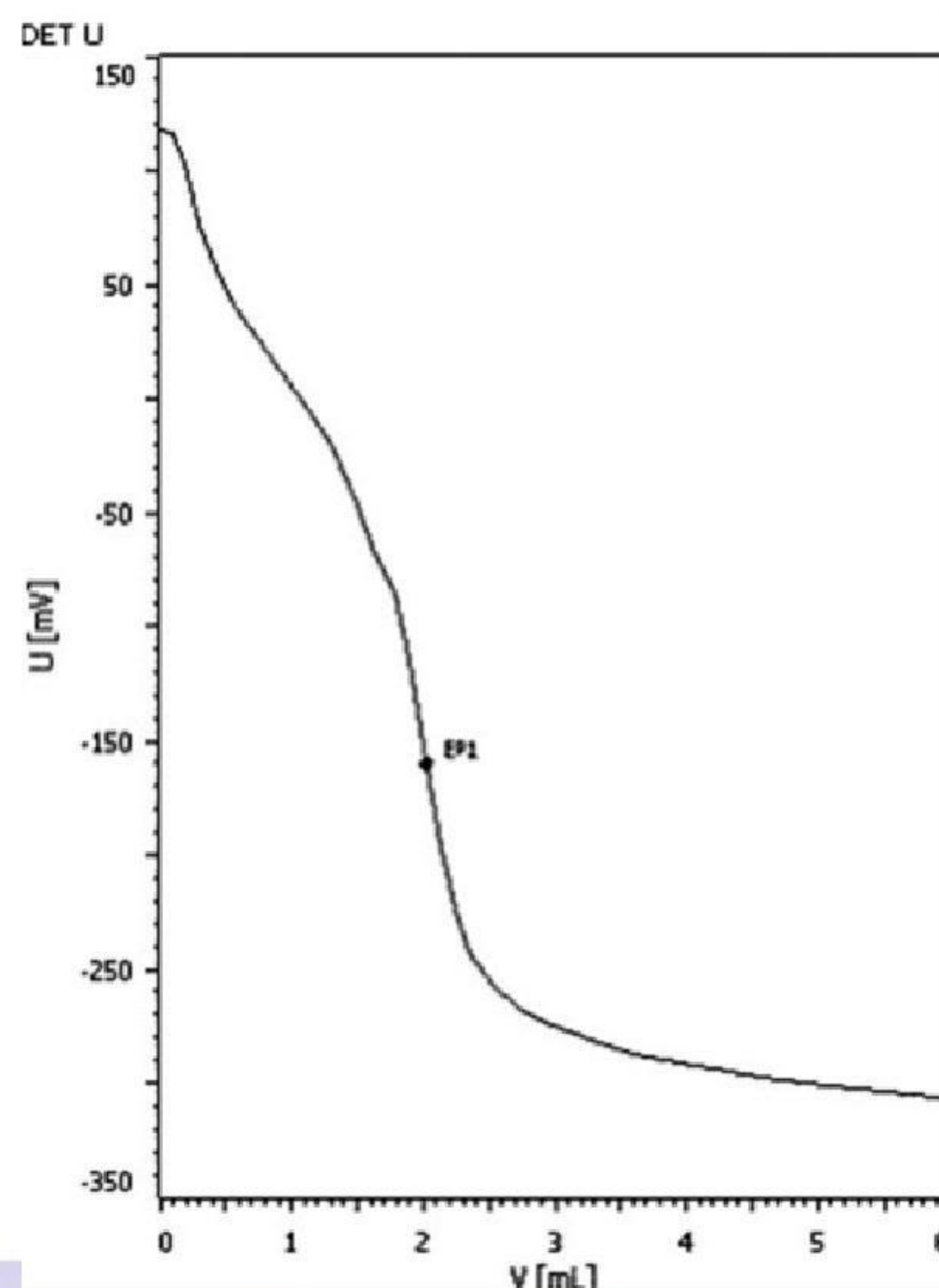


FIG. 2 - Illustrative titration curve of biodiesel sample

20 Pemeriksaan *quality control*

20.1 Konfirmasi kinerja prosedur uji dengan melakukan analisis sampel pengendalian mutu (QC), yang mewakili jenis sampel yang dianalisis, jika memungkinkan.

CATATAN 21 Karena biodiesel diketahui dapat berubah selama penyimpanan dalam waktu yang lama, sampel yang seperti itu tidak cocok untuk tujuan ini. Analis Laboratorium dapat menggunakan larutan kalium hidrogen phtalat 0.01M sebagai standar Pengendalian Mutu (QC) yang dapat diterima. Ketika digunakan sebagai standar QC, larutan KHP akan memberikan indikasi yang baik ketika standarisasi ulang titran (0,01M KOH dalam IPA) dibutuhkan. Tidak ada data yang tersedia mengenai umur pakai larutan KHP. Larutan standar komersial dapat juga digunakan.

20.2 Sebelum memonitor pelaksanaan proses pengukuran, pengguna metode ini perlu menentukan nilai rata-rata dan kisaran nilai dari sampel QC⁴.

20.3 Catat hasil analisis sampel QC dan bandingkan dengan tabel kontrol atau teknik

20 Quality control checks

20.1 Confirm the performance of the test procedure by analyzing a quality control (QC) sample that is, representative of the samples typically analyzed, if possible.

NOTE 21 Because biodiesel is known to change during long-term storage, such samples may not be suitable for this purpose. The analyst may use the Potassium Acid Phthalate solution 0.01M as an acceptable QC standard. When used as a QC standard, the KHP solution will provide a good indicator when restandardization of the titrant (0,01M KOH in IPA) is necessary. No data is available on the shelf life of the KHP solution. Commercially prepared standard solutions may also be used.

20.2 Prior to monitoring the measurement process, the user of the method needs to determine the average value and control limits of the QC sample.⁴

20.3 Record the QC results and analyze by control charts or other statistically equivalent

yang ekuivalen secara statistik untuk meyakini status kontrol statistik dari proses pengujian total.⁴ Semua data di luar kontrol harus menjadi pemicu untuk menelusuri akar permasalahannya. Hasil penelusuran ini, bisa (tetapi tidak harus), menyebabkan adanya kalibrasi ulang instrumen.

20.4 Frekuensi pelaksanaan pengendalian mutu tergantung pada derajat kepentingan kualitas yang diukur, kestabilan yang ditunjukkan pada proses pengujian, dan persyaratan pelanggan. Secara umum, sampel QC sebaiknya dianalisis setiap kali pengujian. Frekuensi pengendalian mutu sebaiknya ditingkatkan jika menganalisis sampel dalam jumlah banyak secara rutin. Jika hasil uji masih terkontrol secara statistik, frekuensi pengujian QC dapat dikurangi. Ketelitian QC harus diperiksa secara periodik terhadap nilai yang tertulis pada bagian Ketelitian dan Bias dalam metode ini, untuk menjamin kualitas data.

20.5 Disarankan agar standar QC yang secara rutin dianalisis memiliki tingkat konsentrasi dengan kisaran yang sama dengan sampel yang dianalisis. Ketersediaan sampel QC sebaiknya dapat mencukupi selama periode penggunaan yang direncanakan, harus homogen dan stabil pada perkiraan kondisi penyimpanan.

technique to ascertain the statistical control status of the total testing process.⁴ Any out-of-control data should trigger investigation for root cause(s). The results of this investigation may, but not necessarily, result in instrument recalibration.

20.4 The frequency of QC testing is dependent on the criticality of the quality being measured, the demonstrated stability of the testing process, and customer requirements. Generally, a QC sample should be analyzed each testing day. The QC frequency should be increased if a large number of samples are routinely analyzed. However, when it is demonstrated that the testing is under statistical control, the QC testing frequency may be reduced. The QC precision should be periodically checked against the precision listed in the Precision and Bias Section of this test method to ensure data quality.

20.5 It is recommended that a QC standard be routinely analyzed at a concentration level in the same range as the samples analyzed. An ample supply of QC sample material should be available for the intended period of use, and must be homogeneous and stable under the anticipated storage conditions.

21 Pelaporan

21.1 Laporkan bilangan asam dari biodiesel dan biodiesel campuran hingga 0,01 sebagai mgKOH/g sampel (Metode Uji D664, Metode Uji B).

21 Report

21.1 Report acid number of biodiesel and blends to the 0,01 as mg KOH/g of sample (Test Method D664, Test Method B).

22 Presisi

22.1 Ketelitian awal—Ketelitian awal pada metode uji ini untuk biodiesel B100 yang diperoleh dari studi banding antar laboratorium terhadap 5 sampel biodiesel B100 yang dibuat dari minyak rapeseed, kelapa, kelapa sawit, kacang kedelai dan jagung, yang masing-masing diuji 9 sampai 10 kali pada 3 laboratorium yang berbeda. Repeatabilitas awal metode uji ini untuk campuran biodiesel yang diperoleh dari 1 sampel B20 yang diuji 29 kali dengan 3

22 Precision

22.1 *Preliminary Precision*—Preliminary precision of this test method for B100 biodiesel is obtained from a small interlaboratory study of 5 B100 biodiesel samples made from rapeseed, coconut, palm, soy and corn, each run in 9 or 10 replicates by 3 different laboratories. The preliminary repeatability of this test method for Biodiesel blend is obtained from 1 sample of B20 run in a total of 29 replicates by 3 different operators working in the same

operator yang berbeda yang bekerja di laboratorium yang sama. Tidak tersedia data *reproducibility* awal untuk campuran biodiesel. Subkomite akan melanjutkan penelitian untuk menentukan ketelitian dalam lima tahun ke depan.

CATATAN 22 Tidak tersedia data *reproducibility* awal untuk campuran biodiesel. Hasil *reproducibility* pada 22.1.2 adalah interim dan tidak berdasarkan ILS sepenuhnya. Sub komite akan melanjutkan penelitian untuk menentukan ketelitian dalam lima tahun ke depan.

22.1.1 *Repeatability*—Perbedaan antara hasil uji, yang diperoleh oleh operator yang sama dengan alat yang sama dalam kondisi operasi tetap, dengan material uji yang sama, dalam jumlah jangka panjang, operasi normal dan metode pengujian yang benar, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus.

Biodiesel B100 pada 0,2 mg KOH/g = 0,016 mg KOH/g
Campuran Biodiesel B20 = 0,038 mg KOH/g

22.1.2 *Interim reproducibility*—Perbedaan antara dua hasil tunggal dan independen yang diperoleh oleh operator yang berbeda yang bekerja di laboratorium yang berbeda dengan material uji yang sama, dalam jangka panjang, operasi normal dan metoda pengujian yang benar, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus.

Biodiesel B100 pada 0,2 mg KOH/g = 0,031 mg KOH/g

23 Kata kunci

23.1 Bilangan asam; B5, B10, B20, B100, biodiesel, campuran biodiesel, pelumas; produk petroleum; potensiometrik; bilangan asam kuat; titrasi

laboratory. There is no available data for preliminary reproducibility of biodiesel blends. The subcommittee will continue to determine the precision within the next five years.

NOTE 22 There is no available data for preliminary reproducibility of Biodiesel blends. The reproducibility results in 22.1.2 are interim and not based on a full ILS. The subcommittee will continue to determine the precision within the next five years.

22.1.1 *Repeatability*—The difference between successive test results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material would in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty.

B100 Biodiesel at 0,2 mg KOH/g = 0,016 mg KOH/g
B20 Biodiesel Blends = 0,038 mg KOH/g

22.1.2 *Interim Reproducibility*—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty.

B100 Biodiesel at 0,2 mg/g KOH = 0,031 mg KOH/g

23 Keywords

23.1 acid number; B5; B10; B20; B100; biodiesel; biodiesel blend; lubricants; petroleum products; potentiometric; strong acid number; titration

Lampiran
(normatif)

X1. Pemeriksaan unjuk kerja elektroda

X1.1 Uji kinetik elektroda adalah mengukur respon kinetik dari sebuah elektroda. Elektroda dapat dikalibrasi dengan nilai *slope* dan *intercept* yang dapat diterima namun masih tidak memiliki respon yang baik untuk titrasi. Kecepatan respon dan stabilitas yang berlanjut adalah hal penting untuk elektroda. Pemeriksaan secara manual diuraikan pada lampiran ini dimana dapat dilakukan dengan sebuah pH meter atau alat titrasi untuk membaca millivolt secara kontinyu.

X1.2 Inti dari pemeriksaan ini adalah untuk memeriksa elektroda yang baru dikeluarkan dari campuran air dan larutan penyangga setelah 30 dan 60 detik dengan mengukur tegangan. Sebuah elektroda yang cepat dapat mencapai kestabilan nilai kurang dari 30 detik dan sedikit berubah dari 30 sampai 60 detik. Jika diperlukan, gunakan larutan penyangga pH 4, pH 7 dan pH 11 untuk pemeriksaan ini.

X1.3 Prosedur

X1.3.1 Atur alat titrasi atau pH meter untuk membaca millivolt secara kontinyu. Tetapkan proses pengadukan larutan bufer pada kecepatan yang sama dengan yang digunakan untuk titrasi.

X1.3.2 Biarkan elektroda menjadi stabil selama 1 menit dalam air destilat atau deionisasi.

X1.3.3 Pindahkan elektroda dari air ke larutan penyangga pH 4. Aktifkan *stopwatch* ketika larutan penyangga menyentuh elektroda.

X1.3.4 Setelah 30 detik, catat tegangannya. Setelah 30 detik kemudian, catat tegangannya kembali. Perbedaan antara dua potensial disebut drift.

X1.3.5 Ulangi prosedur untuk larutan penyangga pH 7 dan pH 11.

Appendix

(Nonmandatory Information)

X1. Check for electrode performance

X1.1 The kinetic electrode test measures the kinetic response of the electrode. Electrodes can calibrate with acceptable slope and intercept values yet still not have a response good enough for titration. The speed of response and subsequent stability is important for a titration electrode. A manual check is described in this Appendix that can be carried out with a pH meter or titrator set to read millivolts continuously.

X1.2 The essence of this check is to challenge the electrode coming from rest in a water solution with buffers and measure the potential after 30 and 60 s. A fast electrode reaches a stable point in less than 30 s and changes little from 30 to 60 s. Use buffers pH 4, pH 7, and pH 11 for this check, as needed.

X1.3 Procedure

X1.3.1 Set the titrator or pH meter to read millivolts continuously. Have provision for stirring the buffer solution at the same speed used for the titrations.

X1.3.2 Allow the electrode to stabilize for 1 min in distilled or equivalent deionized water.

X1.3.3 Remove the electrodes from the water, and place them in the pH 4 buffer. Start a stopwatch at about the moment when the buffer touches the electrode.

X1.3.4 After 30 s, note the potential. After an additional 30 s, note the potential again. The difference between the two potentials is termed the drift.

X1.3.5 Repeat the procedure for pH 7 buffer and pH 11 buffer.

X1.4 Hitung drift untuk setiap tiga larutan penyangga. Respon elektroda dapat dinilai sebagai berikut:

Drift < 1 sempurna
1 < drift < 2 baik
2 < drift < 3 dapat diterima
3 < drift < 4 diragukan
4 < drift tidak diterima

X1.5 Perbedaan antara potensial 60 detik untuk larutan penyangga pH 4 dan pH 7 harus lebih dari 162 mV, atau 54 mV/nilai pH. Elektroda dengan tingkat kemiringan kurang dari 54 mV/nilai pH tidak dapat digunakan untuk titrasi.

X1.4 Calculate the drift for each of the three buffers. The electrode response may be judged as follows:

drift < 1 excellent
1 < drift < 2 good
2 < drift < 3 acceptable
3 < drift < 4 questionable
4 < drift unacceptable

X1.5 The difference between the 60-s potentials for pH 4 buffer and pH 7 buffer should be greater than 162 mV, or 54 mV / pH number. Electrodes with a slope less than 54 mV / pH number are not reliable for titration.

Ringkasan perubahan

Subkomite D02.06 telah mengidentifikasi beberapa letak perubahan dari standar ini sejak penerbitan terakhir (D664-09) yang mungkin memiliki dampak terhadap penggunaan standar ini. (Disetujui 15 Desember 2009).

(1) Revisi 12.4.5

Subkomite D02.06 telah mengidentifikasi beberapa letak perubahan dari standar ini sejak penerbitan terakhir (D664-07) yang mungkin memiliki dampak terhadap penggunaan standar ini. (Disetujui 1 Maret 2009)

- (1) Perubahan ruang lingkup (Subpasal 1.1) untuk memasukkan biodiesel dan campuran biodiesel.
- (2) Perubahan Ringkasan Metode Uji (Subpasal 4.1) untuk memasukkan biodiesel dan campuran biodiesel.
- (3) Memodifikasi Arti dan Penggunaan (Subpasal 5.1 dan 5.2) untuk memasukkan biodiesel dan campuran biodiesel.
- (4) Penambahan graduated cylinder dan pipet ke dalam Alat (Subpasal 6.2).
- (5) Penambahan KOH 0,01 M dalam IPA untuk analisa biodiesel dan campuran biodiesel ke dalam Reagen (Subpasal 7.1.)
- (6) Penambahan Metode Uji B pada Pasal 17 – 22, termasuk ketelitian awal.
- (7) Pengembangan ruang lingkup dan perubahan format standar dengan memasukkan Metode Uji A dan B.

Summary of changes

Subcommittee D02.06 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D664-09) that may impact the use of this standard. (Approved Dec. 15, 2009.)

(1) Revisi 12.4.5

Subcommittee D02.06 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D664-07) that may impact the use of this standard. (Approved March 1, 2009.)

- (1) Changed Scope (1.1) to include biodiesel and biodiesel blends.
- (2) Changed Summary of Test Method (4.1) to include biodiesel and blends of biodiesel.
- (3) Modified Significance and Use (5.1 and 5.2) to include biodiesel and blends of biodiesel.
- (4) Included graduated cylinder and pipet into Apparatus (6.2).
- (5) Added 0,01 M KOH in IPA for the analysis of biodiesel and blends to Reagents (7.1).
- (6) Added Test Method B in 17-22, including a preliminary precision.
- (7) Expanded the Scope and changed format of standard to include Test Methods A and B.